

CT/EP 03 / 07626  
**BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND**

**Rec'd PCT/PTO**

20 JAN 2005

**PRIORITY DOCUMENT**  
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN  
COMPLIANCE WITH  
RULE 17.1(a) OR (b)



REQU 19 AOUT 2003

OMPI PCT

**Prioritätsbescheinigung über die Einreichung  
einer Patentanmeldung**

**Aktenzeichen:** 102 33 963.5

**Anmeldetag:** 25. Juli 2002

**Anmelder/Inhaber:** ItN Nanovation GmbH, Saarbrücken/DE

**Bezeichnung:** Verwendung von Silanen in kosmetischen  
Mitteln und Verfahren zur Haarbehandlung

**IPC:** A 61 K 7/06

Die angehefteten Stücke sind eine richtige und genaue Wiedergabe der ursprünglichen Unterlagen dieser Patentanmeldung.

München, den 2. Juli 2003  
Deutsches Patent- und Markenamt  
Der Präsident  
Im Auftrag

Jerofsky

### **Zusammenfassung**

Gegenstand der vorliegenden Erfindung ist die Verwendung mindestens eines Silans und/oder dessen Salzes zur Verbesserung des Zustandes des Haares, insbesondere hinsichtlich Schutz, Härtung, Stärkung, Versiegelung, Restrukturierung, Reparatur, Stabilisierung, Erhöhung des Glanzes, Erleichterung der Kämmbarkeit sowie Verkürzung der Trocknungszeit der Haare.

## Beschreibung

### 5      **Verwendung von Silanen in kosmetischen Mitteln und Verfahren zur Haarbehandlung**

Gegenstand der vorliegenden Erfindung ist die Verwendung eines Mittels enthal-  
tend mindestens ein Silan zur Verbesserung des Haarzustandes, insbesondere  
10 zur Versiegelung, Härtung, Glanzverbesserung, Stärkung, zum Schutz und zur  
Strukturverbesserung (Restrukturierung) von menschlichen Haaren, vorzugswei-  
se von geschädigten menschlichen Haaren.

Die Schädigung von Haaren durch Umwelteinflüsse (beispielsweise energierei-  
15 che Strahlungen), den physiologischen Status (beispielsweise Alter oder Ge-  
sundheit der betreffenden Individuen) oder mechanische und chemische Einwir-  
kungen sind bekannt. Die Folgen sind nachteilige mechanische, chemische und  
physikalische Eigenschaften des betroffenen Haares. Derartige Schädigungen  
der Struktur von Haaren zeigt sich zum Beispiel durch Verlust an Härte, Glanz,  
20 Stärke, Bruchfestigkeit, Reißfestigkeit, Bündelzugfestigkeit und Farbhaltvermö-  
gen.

An menschlichen Haaren machen sich solche Einflüsse insbesondere durch  
fehlenden Glanz, verminderte Reißkraft und schlechte Kämmbarkeit bemerkbar.  
25 Hervorgerufen werden sie durch Alterungsprozesse, die vor allem physiologisch  
bedingt sind oder durch physikalische (Bewitterung), mechanische (Kämmen,  
Bürsten, Frottieren) und chemische Einflüsse induziert werden. Bei längeren  
Haaren machen sich diese Einflüsse insbesondere in den Haarspitzen bemerk-  
bar (Spliss). Zu den chemischen Einflüssen gehören vor allem das Bleichen, das  
30 oxidative Färben und das Dauerwellen der Haare, wobei aggressive Oxidations-  
bzw. Reduktionsmittel zudem bevorzugt in stark alkalischem Milieu angewendet  
werden und dort ihre volle Wirkung zeigen. Aber auch andere chemische Einflüs-

se entfalten schädigende Wirkungen auf Keratin enthaltendes Material, beispielsweise mit Chlor oder Salzen angereichertes Wasser.

Handelsübliche Spülungen und Kuren enthalten als Aktivsubstanzen hauptsächlich kationische Tenside bzw. Polymere, Wachse und/oder Öle. Je geschädigter das Haar ist, desto mehr anionische Gruppen finden sich an der Oberfläche. Kationische Verbindungen werden auf dieser entgegengesetzt geladenen Oberfläche elektrostatisch angezogen, während Öle und Wachse mit den hydrophoben Gruppen des Keratins wechselwirken. Eine Strukturverbesserung im Haarin-  
 10 neren oder eine wirksame Versiegelung des Haares lässt sich mit diesen Pflegeprodukten daher nicht erreichen.

An zuvor gefärbtem Haar wird häufig ein Farbverlust durch Auswaschen, Schweiß, Lichteinstrahlung und Dauerwellbehandlungen beobachtet. Wünschens-  
 15 wert wäre daher eine wirksame Versiegelung des Haares nach dem Färbeprozess. Eine weitere Aufgabe war es daher, ein Haarbehandlungsmittel zur Verfügung zu stellen, das insbesondere nach dem Haarfärben das Haar so versiegelt, dass der Farbstoff nicht mehr leicht ausgewaschen wird.

Die der vorliegenden Erfindung zu Grunde liegende Aufgabe bestand darin, ein Mittel, insbesondere ein kosmetisches Haarbehandlungsmittel, für die Verwen-  
 20 dung zur Verbesserung des Haarzustandes und wirksamen Schutz bzw. Versiegelung bereitzustellen, das die vorgenannten Nachteile beseitigt.

Erfindungsgemäß werden diese Aufgaben gelöst durch die Verwendung mindestens eines Silans in einem kosmetischen Mittel zur Verbesserung des Zustandes von Haaren.

Die Verbesserung des Zustandes des Haares besteht bevorzugt in der Härtung, Stärkung, Versiegelung (insbesondere nach dem Haarfärben oder -tönen), Re-  
 30 strukturierung, Reparatur, Stabilisierung, Erhöhung von Glanz, Volumen und Kämmbarkeit, dem Schutz vor Umwelteinflüssen, dem Hitzeschutz (beim Föhnen

oder Haarglätten mit einem heißen Eisen), der Vermeldung und der Verringerung von Haarspliss, der Verkürzung der Trockenzeit der Haare, der Erhöhung von Spannkraft und Elastizität der Haare sowie der Haltbarkeit der Dauerwelle.

- 5 Überraschenderweise wurde gefunden, dass durch die Verwendung von bestimmten nachstehend beschriebenen Silanen die Haarstruktur insgesamt, besonders aber die Oberfläche von Haaren derartig verändert wird, dass ein Schutz, eine Härtung, Versiegelung und Stärkung sowie die Erhöhung der Bruchfestigkeit, Reißfestigkeit oder Bündelzugfestigkeit, insbesondere der strapazierten und geschädigten Haare erfolgt.

- Neben der noch nachfolgend beschriebenen Pflegewirkung, die aus der Beeinflussung der Haaroberfläche (Cuticulä) resultiert, zeigte sich auch eine Repair-Wirkung. Diese geht auf Veränderungen im Inneren des Haares (Cortex) zurück.
- 15 Es wurden die Zugkräfte gemessen, die oxidativ (durch Bleichen) vorgeschädigte Haare zum Zerreißen bringen. Überraschend wurde gefunden, dass diejenigen Haare, die nach der oxidativen Schädigung mit einem hier beschriebenen Silan enthaltenden Mittel behandelt worden waren, eine signifikante Erhöhung der zum Reißen notwendigen Kräfte aufwiesen.

- 20 Damit verbunden wird nicht nur eine Restrukturierung (Repair) von geschädigten Haare ermöglicht, sondern auch ein protektiver Effekt, der einer Schädigung dieser Materialien vor oder während einer Exposition mit entsprechenden Noxen entgegenwirkt und sie zu verhindern oder zu vermindern vermag.

- 25 Neben diesen von durch exogene Noxen hervorgerufenen nachteiligen Veränderungen kann das erfindungsgemäße Mittel auch bei durch physiologische Prozesse bedingten Zuständen oder Änderungen der Struktur von Haare vorteilhafte Wirkungen entfalten; beispielsweise bei altersbedingtem brüchigem Haar oder bei feinem Haar, welches angeboren oder altersabhängig erworben sein kann
- 30 (Babyhaar, Altershaar).

Gegenstand der vorliegenden Erfindung ist somit die Verwendung gemäß Anspruch 1. Die bevorzugt verwendeten Silane sind in den Ansprüchen 2 bis 5 angegeben. Besonders bevorzugt verwendete Silane sind solche nach den Ansprüchen 6 bis 10, wobei die Silane nach Anspruch 9 und 10 ganz besonders bevorzugt werden.

Für die erfindungsgemäße Verwendung geeignete Silane der Formel (I) sind die nachfolgenden:

- 3-(Trimethoxysilyl)propyldimethyloctadecyl-ammoniumchlorid,
- 10 3-(Trimethoxysilyl)propylmethyldi(decyl)-ammoniumchlorid,
- 3-Chloropropyltrimethylsilan, Octadecyltrimethoxysilan,
- Methyldifluorosilan, Dimethyldifluorosilan, Methyltrifluorosilan,
- Dimethyldifluorosilan, Dimethylfluorosilan, Trimethylfluorosilan,
- Ethyldimethylfluorosilan, Ethyltrifluorosilan,
- 15 Triethylfluorosilan, Triphenylfluorosilan,
- Diphenyldifluorosilan, Pentafluorophenyldimethylchlorosilan,
- Phenyltrifluorosilan, Triphenylfluorosilan,
- Trifluoromethyltrimethylsilan, Hexyltrifluorosilan,
- Bis(pentafluorophenyl)dimethylsilan, (Trifluoromethyl)trimethylsilan,
- 20 Trifluoromethyltrimethylsilan, Vinyltrimethylfluorosilan,
- Tetrafluorosilan, Trifluoromethyltriethylsilan,
- Trifluoromethyltrimethylsilan, Chloromethyl-dimethyl-fluorosilan,
- 3-(Heptafluoroisopropoxy)propyltrichlorosilan,
- 3-(Heptafluoroisopropoxy)propyltriethoxysilan,
- 25 Hexafluorodisilan, Triethoxyfluorosilan,
- 1H,1H,2H,2H-Perfluorodecyldimethylchlorosilan,
- 1H,1H,2H,2H-Perfluorodecyltrichlorosilan,
- 1H,1H,2H,2H-Perfluorodecyltriethoxysilan,
- 1H,1H,2H,2H-Perfluorooctyltriethoxysilan,
- 30 1H,1H,2H,2H-Perfluorooctyldimethylchlorosilan,
- 1H,1H,2H,2H-Perfluorooctylmethyldichlorosilan,
- 1H,1H,2H,2H-Perfluorooctyltrichlorosilan,

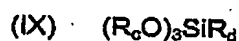
- 1H,1H,2H,2H-Perfluorooctylmethyldimethoxysilan,  
 1H,1H,2H,2H-Perfluorotetradecytriethoxysilan,  
 (3,3,3-Trifluoropropyl)dimethylchlorosilan,  
 (3,3,3-Trifluoropropyl)dichloromethylsilan,  
 5 (3,3,3-Trifluoropropyl)methyldimethoxysilan,  
 (3,3,3-Trifluoropropyl)trichlorosilan,  
 (3,3,3-Trifluoropropyl)trimethoxysilan,  
 Bis(tridecafluoro-1,1,2,2-tetrahydrooctyl)dimethylsiloxy)methylchlorosilan,  
 (3-Heptafluoroisopropoxy)propyltrichlorosilan,  
 10 (Heptadecafluoro-1,1,2,2-tetrahydrodecyl)dimethylchlorosilan,  
 (Heptadecafluoro-1,1,2,2-tetrahydrodecyl)methyldichlorosilan,  
 (Heptadecafluoro-1,1,2,2-tetrahydrodecyl)triethoxysilan,  
 Pentafluorophenyldimethylchlorosilan, Pentafluorophenylpropyltrichlorosilan,  
 Pentafluorophenylpropyldimethylchlorosilan, Pentafluorophenyltrimethylsilan,  
 15 Pentafluorophenylpropyltrimethoxysilan, Pentafluorophenyltriethoxysilan,  
 Pentafluorophenylpropylmethyldichlorosilan,  
 (3,3,3-Trifluoropropyl)dimethylchlorosilan, (3,3,3-Trifluoropropyl)trichlorosilan,  
 (3,3,3-Trifluoropropyl)methyldichlorosilan, (3,3,3-Trifluoropropyl)trimethoxysilan,  
 Trifluoropropyltris(dimethylsiloxy)silan, Pentafluorophenylethoxydimethylsilan,  
 20 Vinyl(trifluoromethyl)dimethylsilan, Vinyl-(3,3,3-trifluoropropyl)dimethylsilan,  
 $(\text{CH}_3\text{O})_3\text{Si}(\text{CH}_2)_3\text{N}^+(\text{CH}_3)_2\text{C}_{18}\text{H}_{37}\text{Cl}^-$ ,  
 $(\text{CH}_3\text{O})_3\text{Si}(\text{CH}_2)_3\text{N}^+(\text{CH}_3)_2\text{C}_{18}\text{H}_{37}\text{Br}^-$ ,  $(\text{CH}_3\text{O})_3\text{Si}(\text{CH}_2)_3\text{N}^+(\text{CH}_3)_2\text{C}_{10}\text{H}_{21}\text{Cl}^-$ ,  
 $(\text{CH}_3\text{O})_3\text{Si}(\text{CH}_2)_3\text{N}^+(\text{CH}_3)_2\text{C}_{10}\text{H}_{21}\text{Br}^-$ ,  $(\text{CH}_3\text{O})_3\text{Si}(\text{CH}_2)_3\text{N}^+(\text{CH}_3)_3\text{Cl}^-$ ,  
 $(\text{CH}_3\text{O})_3\text{Si}(\text{CH}_2)_3\text{N}^+(\text{CH}_3)_2\text{C}_8\text{H}_{17}\text{Cl}^-$ ,  $(\text{CH}_3\text{O})_3\text{Si}(\text{CH}_2)_3\text{N}^+(\text{CH}_3)_2\text{C}_{10}\text{H}_{21}\text{Cl}^-$ ,  
 25  $(\text{CH}_3\text{O})_3\text{Si}(\text{CH}_2)_3\text{N}^+(\text{CH}_3)_2\text{C}_{12}\text{H}_{25}\text{Cl}^-$ ,  $(\text{CH}_3\text{O})_3\text{Si}(\text{CH}_2)_3\text{N}^+(\text{CH}_3)_2\text{C}_{14}\text{H}_{29}\text{Cl}^-$ ,  
 $(\text{CH}_3\text{O})_3\text{Si}(\text{CH}_2)_3\text{N}^+(\text{CH}_3)_2\text{C}_{16}\text{H}_{33}\text{Cl}^-$ ,  $(\text{CH}_3\text{O})_3\text{Si}(\text{CH}_2)_3\text{N}^+(\text{CH}_3)_2\text{C}_{20}\text{H}_{41}\text{Cl}^-$ ,  
 $(\text{CH}_3\text{O})_3\text{Si}(\text{CH}_2)_3\text{N}^+(\text{C}_4\text{H}_9)_3\text{Cl}^-$ ,  $(\text{CH}_3\text{O})_3\text{Si}(\text{CH}_2)_3\text{N}^+(\text{C}_2\text{H}_5)_3\text{Cl}^-$ ,  
 $(\text{CH}_3\text{CH}_2\text{O})_3\text{Si}(\text{CH}_2)_3\text{N}^+(\text{CH}_3)_2\text{C}_{18}\text{H}_{37}\text{Cl}^-$ ,  $(\text{CH}_3\text{O})_3\text{Si}(\text{CH}_2)_3\text{NHC}(\text{O})(\text{CF}_2)_6\text{CF}_3$ ,  
 $(\text{CH}_3\text{O})_3\text{Si}(\text{CH}_2)_3\text{NHC}(\text{O})(\text{CF}_2)_8\text{CF}_3$ ,  $(\text{CH}_3\text{O})_3\text{Si}(\text{CH}_2)_3\text{NHC}(\text{O})(\text{CF}_2)_{10}\text{CF}_3$ ,  
 30  $(\text{CH}_3\text{O})_3\text{Si}(\text{CH}_2)_3\text{NHC}(\text{O})(\text{CF}_2)_{12}\text{CF}_3$ ,  $(\text{CH}_3\text{O})_3\text{Si}(\text{CH}_2)_3\text{NHC}(\text{O})(\text{CF}_2)_{14}\text{CF}_3$ ,  
 $(\text{CH}_3\text{O})_3\text{Si}(\text{CH}_2)_3\text{NHC}(\text{O})(\text{CF}_2)_{16}\text{CF}_3$ ,  $(\text{CH}_3\text{O})_3\text{Si}(\text{CH}_2)_3\text{NH}\text{SO}_2(\text{CF}_2)_7\text{CF}_3$ ,  
 $(\text{CH}_3\text{O})_3\text{Si}(\text{CH}_2)_3\text{N}^+(\text{CH}_3)_2(\text{CH}_2)_3\text{NHC}(\text{O})(\text{CH}_2)_6\text{CH}_3$ .

- $(\text{CH}_3\text{O})_3\text{Si}(\text{CH}_2)_3\text{N}^+(\text{CH}_3)_2(\text{CH}_2)_3\text{NHC}(\text{O})(\text{CH}_2)_8\text{CH}_3$ ,  
 $(\text{CH}_3\text{O})_3\text{Si}(\text{CH}_2)_3\text{N}^+(\text{CH}_3)_2(\text{CH}_2)_3\text{NHC}(\text{O})(\text{CH}_2)_{10}\text{CH}_3$ ,  
 $(\text{CH}_3\text{O})_3\text{Si}(\text{CH}_2)_3\text{N}^+(\text{CH}_3)_2(\text{CH}_2)_3\text{NHC}(\text{O})(\text{CH}_2)_{12}\text{CH}_3$ ,  
 $(\text{CH}_3\text{O})_3\text{Si}(\text{CH}_2)_3\text{N}^+(\text{CH}_3)_2(\text{CH}_2)_3\text{NHC}(\text{O})(\text{CH}_2)_{14}\text{CH}_3$ ,  
5  $(\text{CH}_3\text{O})_3\text{Si}(\text{CH}_2)_3\text{N}^+(\text{CH}_3)_2(\text{CH}_2)_3\text{NHC}(\text{O})(\text{CH}_2)_{16}\text{CH}_3$ ,  
 $(\text{CH}_3\text{O})_3\text{Si}(\text{CH}_2)_3\text{N}^+(\text{CH}_3)_2(\text{CH}_2)_3\text{NHC}(\text{O})(\text{CF}_2)_8\text{CF}_3$ ,  
 $(\text{CH}_3\text{O})_3\text{Si}(\text{CH}_2)_3\text{N}^+(\text{CH}_3)_2(\text{CH}_2)_3\text{NHC}(\text{O})(\text{CF}_2)_8\text{CF}_3$ ,  
 $(\text{CH}_3\text{O})_3\text{Si}(\text{CH}_2)_3\text{N}^+(\text{CH}_3)_2(\text{CH}_2)_3\text{NHC}(\text{O})(\text{CF}_2)_{10}\text{CF}_3$ ,  
 $(\text{CH}_3\text{O})_3\text{Si}(\text{CH}_2)_3\text{N}^+(\text{CH}_3)_2(\text{CH}_2)_3\text{NHC}(\text{O})(\text{CF}_2)_{12}\text{CF}_3$ ,  
10  $(\text{CH}_3\text{O})_3\text{Si}(\text{CH}_2)_3\text{N}^+(\text{CH}_3)_2(\text{CH}_2)_3\text{NHC}(\text{O})(\text{CF}_2)_{14}\text{CF}_3$ ,  
 $(\text{CH}_3\text{O})_3\text{Si}(\text{CH}_2)_3\text{N}^+(\text{CH}_3)_2(\text{CH}_2)_3\text{NHC}(\text{O})(\text{CF}_2)_{16}\text{CF}_3$ ,  
 $(\text{CH}_3\text{O})_3\text{Si}(\text{CH}_2)_3\text{N}^+(\text{CH}_3)_2(\text{CH}_2)_3\text{NHSO}_2(\text{CF}_2)_7\text{CF}_3$ ,  
 $(\text{CH}_3\text{O})_3\text{Si}(\text{CH}_2)_3\text{N}^+(\text{CH}_3)_2(\text{CH}_2)_3\text{NHSO}_2(\text{CF}_2)_9\text{CF}_3$ ,  
 $(\text{CH}_3\text{O})_3\text{Si}(\text{CH}_2)_3\text{N}^+(\text{CH}_3)_2(\text{CH}_2)_3\text{NHSO}_2(\text{CF}_2)_{11}\text{CF}_3$ ,  
15  $(\text{CH}_3\text{O})_3\text{Si}(\text{CH}_2)_3\text{N}^+(\text{CH}_3)_2(\text{CH}_2)_3\text{NHSO}_2(\text{CF}_2)_{13}\text{CF}_3$ ,  
 $(\text{CH}_3\text{O})_3\text{Si}(\text{CH}_2)_3\text{N}^+(\text{CH}_3)_2(\text{CH}_2)_3\text{NHSO}_2(\text{CF}_2)_{15}\text{CF}_3$ ,  
 $(\text{CH}_3\text{O})_3\text{Si}(\text{CH}_2)_3\text{N}^+(\text{CH}_3)_2(\text{CH}_2)_3\text{NHSO}_2(\text{CF}_2)_{16}\text{CF}_3$ ,  
Aminoethylaminopropyltrimethoxysilan:  $\text{NH}_2(\text{CH}_2)_2\text{NH}(\text{CH}_2)_3\text{Si}(\text{OCH}_3)_3$ ,  
3-Aminopropyltrimethoxysilan:  $\text{NH}_2(\text{CH}_2)_3\text{Si}(\text{OCH}_3)_3$ ,  
20 3-Aminopropyltriethoxysilan:  $\text{NH}_2(\text{CH}_2)_3\text{Si}(\text{OCH}_2\text{CH}_3)_3$ ,  
3-Chloropropyltrimethoxysilan:  $\text{Cl}(\text{CH}_2)_3\text{Si}(\text{OCH}_3)_3$ ,  
3-Chloropropyltriethoxysilan:  $\text{Cl}(\text{CH}_2)_3\text{Si}(\text{OCH}_2\text{CH}_3)_3$ ,  
3-Chloropropyltrichlorosilan:  $\text{Cl}(\text{CH}_2)_3\text{SiCl}_3$ ,  
3-Glycidoxypentyltrimethoxysilan:  $\text{C}_3\text{H}_5\text{O}_2(\text{CH}_2)_3\text{Si}(\text{OCH}_3)_3$ ,  
25 3-Glycidoxypentyltriethoxysilan:  $\text{C}_3\text{H}_5\text{O}_2(\text{CH}_2)_3\text{Si}(\text{OCH}_2\text{CH}_3)_3$ ,  
3-Methacryloxypropyltrimethoxysilan:  $\text{C}_4\text{H}_5\text{O}_2(\text{CH}_2)_3\text{Si}(\text{OCH}_3)_3$ ,  
3-Methacryloxypropyltriethoxysilan:  $\text{C}_4\text{H}_5\text{O}_2(\text{CH}_2)_3\text{Si}(\text{OCH}_2\text{CH}_3)_3$ ,  
Methyldichlorosilan:  $\text{CH}_3\text{SiHCl}_2$ , Silanmodifiziertes Melamine: Dow Corning Q1-  
6106, Natrium(trihydroxysilyl)propylmethylphosphonate:  $\text{NaO}(\text{CH}_3\text{O})\text{P}(\text{O})(\text{CH}_2)_3$   
30  $\text{Si}(\text{OH})_3$ , Trichlorosilan,  $\text{SiHCl}_3$ , n-2-Vinylbenzylamino-ethyl-3-  
aminopropyltrimethoxysilan HCl: Dow Corning Z-6032,  
Vinyltriacetoxysilan:  $\text{H}_2\text{C}=\text{CHSi}(\text{OCOCH}_3)_3$ ,



- Vinyltrimethoxysilan:  $\text{H}_2\text{C}=\text{CHSi}(\text{OCH}_3)_3$ ,  
 Vinyltriethoxysilan:  $\text{H}_2\text{C}=\text{CHSi}(\text{OCH}_2\text{CH}_3)_3$ , Vinyltrichlorosilan:  $\text{H}_2\text{C}=\text{CHSiCl}_3$ ,  
 Dimethyldichlorosilan:  $(\text{CH}_3)_2\text{SiCl}_2$ , Dimethyldimethoxysilan:  $(\text{CH}_3)_2\text{Si}(\text{OCH}_3)_2$ ,  
 Diphenyldichlorosilan:  $(\text{C}_6\text{H}_5)_2\text{SiCl}_2$ , Ethyltrichlorosilan:  $(\text{C}_2\text{H}_5)\text{SiCl}_3$ ,  
 5 Ethyltrimethoxysilan:  $(\text{C}_2\text{H}_5)\text{Si}(\text{OCH}_3)_3$ ,  
 Ethyltriethoxysilan:  $(\text{C}_2\text{H}_5)\text{Si}(\text{OCH}_2\text{CH}_3)_3$ , Isobutyltrimethoxysilane, n-  
 Octyltriethoxysilan, Methylphenyldichlorosilane:  $\text{CH}_3(\text{C}_6\text{H}_5)\text{SiCl}_2$ ,  
 Methyltrichlorosilan:  $\text{CH}_3\text{SiCl}_3$ , Methyltrimethoxysilane:  $\text{CH}_3\text{Si}(\text{OCH}_3)_3$ ,  
 Phenyltrichlorosilan:  $\text{C}_6\text{H}_5\text{SiCl}_3$ , Phenyltrimethoxysilan:  $\text{C}_6\text{H}_5\text{Si}(\text{OCH}_3)_3$ ,  
 10 n-Propyltrichlorosilan:  $\text{C}_3\text{H}_7\text{SiCl}_3$ , n-Propyltrimethoxysilan:  $\text{C}_3\text{H}_7\text{Si}(\text{OCH}_3)_3$ ,  
 Siliciumtetrachlorid:  $\text{SiCl}_4$ ,  $\text{ClCH}_2\text{C}_6\text{H}_4\text{CH}_2\text{CH}_2\text{SiCl}_3$ ,  
 $\text{ClCH}_2\text{C}_6\text{H}_4\text{CH}_2\text{CH}_2\text{Si}(\text{OCH}_3)_3$ ,  $\text{ClCH}_2\text{C}_6\text{H}_4\text{CH}_2\text{CH}_2\text{Si}(\text{OCH}_2\text{CH}_3)_3$ ,  
 Decyltrichlorosilan, Dichloromethyl(4-methylphenethyl)silan,  
 Diethoxymethylphenylsilan, [3-(Diethylamino)propyl]trimethoxysilan,  
 15 3-(Dimethoxymethylsilyl)-1-propanethiol, Dimethoxymethylvinylsilan,  
 3-[Tris(trimethylsilyloxy)silyl]propyl-methacrylate, Trichloro[4-  
 (chloromethyl)phenyl]silan, Methylbis(trimethylsilyloxy)vinylsilan,  
 Methyltripropoxysilan und Trichlorocyclopentylsilan.

- 20 Eine optimale Wirkung bezüglich der Verbesserung des Haarzustandes wird  
 erreicht mit einem mit mindestens einem Fluoralkylrest substituierten Silan der  
 Formel



25

wobei  $\text{R}_c$  ein geradkettiger oder verzweigter Alkylrest mit 1 bis 5 Kohlenstoffato-  
 men ist und  $\text{R}_d$  die Bedeutung geradkettiger oder verzweigter fluorierter oder  
 perfluorierter Alkylrest mit 1 bis 18 Kohlenstoffatomen, vorzugsweise 8 bis 10  
 Kohlenstoffatomen, hat.

30

Der Einsatz von Fluorverbindungen als hydrophobierende Komponente ist bei-  
 spielsweise von der Herstellung niedrigerenergetischer Oberflächen als Easy-to-

clean-Oberflächen bekannt, die aufgrund dieser verringerten Energie nur noch sehr wenig Schmutz anlagern und mit einem sehr geringen Reinigungsaufwand zu säubern sind. Es wurde nun gefunden, dass diese Verbindungen im Bereich der Haarkosmetik zur Verbesserung des Haarzustandes verwendet werden können. Eine Erniedrigung der Oberflächenenergie der Haare führt hierbei zu einer verminderten Ablagerung von Schmutz und Fett. Die Haare fühlen sich so länger sauber an. Weiterhin ist eine Hydrophobierung der Haare durch Verwendung der Fluoralkylsilanverbindungen möglich, so dass eine wasserabweisende Wirkung erzielt werden kann. Die Haare könnten so weniger aufquellen, werden schneller trocken und bei feuchter Witterung kann vermieden werden, dass die Haare sich kräuseln. Zusätzlich besitzen die Fluorsilane eine glättende Wirkung. Die Kämmbarkeit der Haare kann hierdurch gesteigert und spröde, trockene Spitzen vermieden werden. All diese Wirkungen verbessern den Zustand des Haares.

15

Falls nichts anderes angegeben ist, haben in der vorliegenden Patentanmeldung die nachfolgend in Anführungszeichen angegebenen Bezeichnungen die folgenden Bedeutungen:

20

Eine „hydrolysierbare Gruppe“ ist eine Gruppe, die in Wasser oder einer sauren wässrigen Lösung innerhalb kurzer Zeit hydrolysiert; Beispiele für solche Gruppen sind F, Cl, Br, OH, Acetyl, Acetoxy, Acyl, Acyloxy und Alkoxy mit 1 bis 6 Kohlenstoffatomen.

25

„Alkyl“ ist eine geradkettige oder verzweigte gesättigte Kohlenwasserstoffgruppe mit 1 bis 24 Kohlenstoffatomen, wie insbesondere Methyl („Me“), Ethyl („Et“), n-Propyl, Isopropyl, n-Butyl, Isobutyl, t-Butyl, Octyl, Decyl, Tetradecyl, Hexadecyl, Eicosyl und Tetracosyl:

30

„Hydroxyalkyl“ ist eine Alkylgruppe mit einer oder mehreren Hydroxylgruppen, wie zum Beispiel  $-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OH}$ ,  $-\text{CH}_2\text{CH}(\text{OH})\text{CH}_3$ ,  $-\text{CH}_2\text{OH}$ ,  $-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OH}$ ,  $-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}(\text{OH})\text{CH}_3$ ,  $-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}(\text{OH})\text{CH}_2\text{OH}$  oder  $-\text{CH}_2\text{CH}(\text{OH})\text{CH}(\text{OH})\text{CH}_3$ .

"Alkoxy" ist eine Alkylgruppe, welche an ein endständiges Sauerstoffatom gebunden ist.

- 5 "Polyalkylether" sind Alkohole, welche durch Etherbindungen miteinander verbunden sind; sie können ein durchschnittliches Molekulargewicht bis zu 10.000 g/mol haben.

- 10 "Alkylglycol" ist ein Alkylrest, verbunden über eine Etherbindung mit einem Glycolrest, beispielsweise Butylglycol.

- 15 "Alkypolyglykol" soll einen Alkylrest darstellen, der über eine Etherbindung mit einem Polyglykol verbunden ist. Die Alkypolyglykole sollen ein durchschnittliches Molekulargewicht bis hinauf zu 10.000 g/mol haben.

- 20 "Aryl" und "aromatisch" sind austauschbar und bedeuten ein Molekül oder einen Rest, dessen Atome einen oder mehrere Ringe mit konjugierten Doppelbindungen bilden, insbesondere Benzol, Naphthalin, Phenanthren, Anthracen; Beispiele für entsprechende Reste sind Phenyl, Benzyl, Naphthyl, Benzylidin, Xylyl, Styrol, Styryl, Phenethyl und Phenylen,

- "Substituiert" bedeutet den Ersatz mindestens eines Wasserstoffatoms durch ein Halogen, insbesondere Br, Cl oder F, eine Hydroxylgruppe, eine Alkylgruppe oder eine Alkoxygruppe.

- 25 "Verzweigt" bedeutet eine verzweigte Alkyl- oder Alkoxygruppe; zum Beispiel Isobutyl, 1-Butyl, Isopropyl,  $\text{CH}_2\text{CH}_2\text{C}(\text{CH}_3)(\text{H})\text{CH}_2\text{CH}_3$ ,  $\text{CH}_2\text{C}(\text{CH}_2\text{CH}_3)(\text{H})\text{CH}_2\text{CH}_3$ ,  $\text{CH}_2\text{CH}_2\text{C}(\text{CH}_3)\text{CH}_3$  und  $\text{CH}_2\text{CH}_2\text{C}(\text{CH}_3)_3$ .

- 30 "Acyl" bedeutet die von organischen Säuren abgeleitete Gruppe der Formel  $\text{R}'\text{CO}$  worin  $\text{R}'$  ein Alkylrest ist.

"Acyloxy" bedeutet die von organischen Säuren abgeleitete Gruppe der Formel  $R'COX$  worin  $R'$  ein Alkylrest ist und  $X'$ , anstatt einer Hydroxylgruppe, ein Sauerstoffatom bedeutet, das an eine andere Gruppe gebunden ist.

- 5 Der Ausdruck "perhalogeniert" bedeutet einen Kohlenwasserstoffrest, bei dem sämtliche Wasserstoffatome durch F, Cl oder Br ersetzt wurden. "Halogeniert" bedeutet hingegen, dass mindestens ein Wasserstoffatom durch F, Cl oder Br ersetzt wurde.
- 10 Der Ausdruck "perfluoro" bedeutet einen Kohlenwasserstoffrest, bei dem sämtliche Wasserstoffatome durch Fluor ersetzt wurden. "Fluoriert" bedeutet hingegen, dass mindestens ein Wasserstoffatom durch Fluor ersetzt wurde.
- 15 Es können auch beliebige Gemische der Silane oder deren Salze für den genannten Zweck verwendet werden.
- Weitere Ausführungsformen der vorliegenden Erfindung sind in den Ansprüchen wiedergegeben.
- 20 Die Verwendung erfolgt, indem die Haare mit einem das Silan enthaltenden Mittel in Kontakt gebracht werden und dieses nach Applikation vorzugsweise dort verbleibt oder nach einer geeigneten Einwirkungszeit mit einem wässrigen Mittel ab- oder ausgespült wird.
- 25 Bevorzugt ist es, wenn das Silan in einer Menge von 0,001 bis 30,0 Gewichtsprozent, besonders bevorzugt in einer Menge von 0,1 bis 10,0 Gewichtsprozent und ganz besonders bevorzugt in einer Menge von 0,1 bis 2 Gewichtsprozent, jeweils bezogen auf die Gesamtmenge des Mittels, in dem verwendeten Mittel enthalten ist.

30

Das erfindungsgemäße verwendete Mittel kann in allen geeigneten Formulierungen vorliegen, die für Haarkosmetika bekannt sind.

- Insbesondere kann das Mittel als wässrige oder wässrig-alkoholische Lösung, als Gel, Creme, Emulsion oder Schaum vorliegen, wobei das Mittel sowohl in Form eines Einkomponentenpräparats als auch in Form eines Mehrkomponentenpräparates konfektioniert sein kann. Im Falle eines Einkomponentenpräparates enthält das Mittel das Silan zusammen mit geeigneten kosmetischen Hilfs- und Trägerstoffen (beispielsweise Verdickern, Säuren, Duftstoffen, Lösungsmitteln, Salzen, Netzmitteln und/oder UV-Absorbem).
- 10 Liegt das Mittel in Form eines Mehrkomponentenpräparates vor, kann dieses aus mindestens zwei verschiedenen, bis zur Anwendung voneinander räumlich getrennten Komponenten bestehen. Eine erste Komponente kann entweder das der vorliegenden Erfindung zugrundeliegende Silan (Wirkstoff) für sich allein enthalten oder der Wirkstoff kann zusammen mit einem Hilfsstoff (zum Beispiel ein
- 15 Verdickungsmittel), vorteilhafter Weise in fester trockener Form (zum Beispiel als Pulver in verpresster oder nicht-verpresster Form, als Granulat oder Tablette), vermisch in dieser ersten Komponente vorliegen. Eine zweite oder weitere Komponente enthält nur Hilfs- und Trägerstoffe.
- 20 Es ist aber auch möglich, dass in einem Mehrkomponentenpräparat verschiedene Komponenten verschiedene Wirkstoffe gemäß der vorliegenden Erfindungen einzeln oder als Gemisch enthalten, entweder für sich allein oder zusammen mit verschiedenen Hilfsstoffen vermisch und die weiteren Komponenten nur Hilfs- und Trägerstoffe enthalten.
- 25 Erfindungsgemäß umfasst wird die Verwendung einer Zusammensetzung, die dadurch gekennzeichnet ist, dass sie als Einkomponentenpräparat oder als Mehrkomponentenpräparat vorliegt. Liegt das verwendete Mittel als Mehrkomponentenpräparat vor, so umfasst es eine erste Komponente, die das Silan mit oder
- 30 ohne Hilfs- und Zusatzstoffe enthält und eine zweite Komponente, welche die übrigen Bestandteile enthält. Das verwendete Mittel kann ferner als Mehrkomponentenpräparat mit mindestens drei verschiedene Komponenten vorliegen, wobei

mindestens eine der Komponenten das Silan enthält und die übrigen Komponenten die restlichen Bestandteile enthalten.

Es ist selbstverständlich, dass zur Herstellung eines gebrauchsfertigen Mittels die räumlich getrennt vorliegenden einzelnen Komponenten einer Mehrkomponentenpräparation kurz vor deren erfindungsgemäßer Verwendung vermischt werden müssen.

Das erfindungsgemäß verwendete Mittel kann zusätzlich Träger- und Hilfsstoffe, wie zum Beispiel Lösungsmittel wie Wasser, niedere aliphatische Alkohole, beispielsweise Ethanol, n-Propanol und Isopropanol; weiterhin Lösungsvermittler, Netzmittel oder Emulgatoren aus den Klassen der anionischen, kationischen, amphoteren oder nichtionogenen oberflächenaktiven Substanzen wie Fettalkoholsulfate, ethoxylierte Fettalkoholsulfate, Alkylsulfonate, Alkylbenzolsulfonate, Alkyltrimethylammoniumsalze, Alkylbetaine, ethoxylierte Fettalkohole, ethoxylierte Nonylphenole, Fettsäurealkanamide, ethoxylierte Fettsäureester, ferner Verdicker wie höhere Fettalkohole, Stärke oder Cellulosederivate; Salze wie z. B. NaCl; Puffersubstanzen wie Ammoniumhydrogencarbonat; Thiole, Ketocarbonsäuren (Oxocarbonsäuren), insbesondere  $\alpha$ -Ketocarbonsäuren, bzw. deren physiologisch verträgliche Salze, UV-Absorber, Parfüme, Farbstoffe, Konditionierer, Haarquellmittel, Konservierungsstoffe, Vaseline, Paraffinöl und Fettsäuren sowie außerdem Pflegestoffe wie kationische Harze, Lanolinderivate, Cholesterin, Pantothenensäure und Betain; Treibmittel wie z. B. Propan, Butan, Dimethylether,  $N_2O$  und Kohlendioxid, enthalten.

Die vorstehend erwähnten Bestandteile werden in den für solche Zwecke üblichen Mengen verwendet, zum Beispiel Wasser in einer Menge von 0,1 bis 95 Gew.%, die Netzmittel und Emulgatoren in Konzentrationen von insgesamt 0,2 bis 30 Gewichtsprozent, die Alkohole in einer Menge von insgesamt 0,1 bis 50 Gewichtsprozent, die Trübungsmittel, Parfümöle, Konservierungsstoffe und Farbstoffe in einer Menge von jeweils 0,01 bis 5 Gewichtsprozent, die Puffersub-

stanzen in einer Menge von insgesamt 0,1 bis 10 Gewichtsprozent, Lösungsvermittler, Stabilisatoren, sowie haarkonditionierende und haarpflegende Bestandteile in einer Menge von jeweils 0,1 bis 5 Gewichtsprozent, während die Verdickungsmittel und Lösungsvermittler in einer Menge von insgesamt 0,5 bis 20 Gewichtsprozent in diesem Mittel enthalten sein können.

Der pH-Wert des Mittels beträgt bevorzugt 2,0 bis 10,0, insbesondere 3,0 bis 9,0 und ganz besonders bevorzugt 3 bis 6. Erforderlichenfalls kann der gewünschte pH-Wert durch Zugabe von Säuren, beispielsweise  $\alpha$ -Hydroxycarbonsäuren wie Milchsäure, Weinsäure, Zitronensäure oder Äpfelsäure, Phosphorsäure, Essigsäure, Glycolsäure Salicylsäure, Glutathion oder Gluconsäurelacton, oder aber alkalisierenden Mitteln wie Ammoniak, Alkanolaminen, Alkylaminen, Alkalihydroxiden, Ammoniumhydroxiden, Alkalicarbonaten, Ammoniumcarbonaten oder Alkaliphosphaten, eingestellt werden.

Bei der Behandlung von Haaren kann das Mittel sowohl im Haar verbleiben oder aber nach der Anwendung ausgespült werden. Im letzteren Fall beträgt die Einwirkungszeit des Mittels, je nach Temperatur (etwa 20 bis 60 Grad Celsius, vorzugsweise 30 bis 50 Grad Celsius), 10 Sekunden bis 60 Minuten, insbesondere 5 bis 20 Minuten, wobei durch Wärmezufuhr die Repairwirkung (Versiegelung, Härtung, Restrukturierung) beschleunigt werden kann; daher ist die Anwendung von Wärme bevorzugt. Nach Beendigung der Einwirkungszeit kann das Haar mit Wasser gespült und gegebenenfalls mit einem Shampoo gewaschen werden.

Bei den für die erfindungsgemäße Verwendung geeigneten Konfektionierungen des Mittels handelt es sich vorzugsweise um Shampoos, Spülungen, Kuren, Schäumen, Festiger, Haargele, Haarsprays, Haarfärbemittel, Haartönungen, Dauerwellmittel, Dauerwellvorbehandlungsmittel, Fixierungen, Haarglättungsmittel oder Brillantinen.

Die erfindungsgemäße Verwendung bezieht sich auf die Anwendung vor, während und nach einer kosmetischen Haarbehandlung.

Vorzugsweise umfasst die erfindungsgemäße Verwendung die Nachbehandlung nach chemischen und/oder physikalischen Behandlungen von Haaren, insbesondere einer Haarfärbung, einer Haartönung, einer Haarbleichung oder nach einer  
 5 Haardauerverformung, um Haarschäden zu reparieren sowie das Haar zu versiegeln.

Es konnte festgestellt werden, dass die erfindungsgemäße Verwendung eines Mittels mit einem Gehalt an mindestens einem Silan der Formel (I) eine deutliche  
 10 Strukturverbesserung und Versiegelung zuvor geschädigter keratinischer Fasern ermöglicht, die sich mit einer Erhöhung der Reißkraft nachweisen lässt.

Gegenstand der vorliegenden Erfindung ist daher insbesondere die Verwendung der hier beschriebenen Silane zur Verbesserung des Haarzustandes nach einer  
 15 Haarfärbebehandlung.

Ein bevorzugtes erfindungsgemäßes Verfahren zum Färben und gleichzeitigen Verbessern des Zustandes von menschlichen Haaren, ist dadurch gekennzeichnet, dass man die Haare  
 20 (a) 5 bis 40 min lang mit einem direktziehenden Haarfärbemittel oder einem Oxidationshaarfärbemittel in Kontakt bringt,  
 (b) das Haarfärbemittel gegebenenfalls mit Wasser abspült und das Haar gegebenenfalls trocknet,  
 (c) sodann das Haar 1 bis 40 min lang mit einem ein Silan enthaltenden Mittel  
 25 nach einem der Verwendungsansprüche 1 bis 18 in Kontakt bringt,  
 (d) das Haar gegebenenfalls mit Wasser abspült und gegebenenfalls trocknet.

Die Verbesserung des Haarzustandes kann auch erfolgen, in dem das verwendete Haarfärbemittel (oxidativ oder temporär) das Silan der Formel (I) enthält. Dieses erfindungsgemäße Verfahren zum Färben und gleichzeitigen Verbessern des  
 30 Zustandes von menschlichen Haaren, ist dadurch gekennzeichnet, dass man das Haar 1 bis 40 min lang mit einem direktziehenden Haarfärbemittel (Haartö-



nungsmittel) oder einem Oxidationshaarfärbemittel in Kontakt bringt, das 0,01 bis 10 Gew.% eines Silans gemäß der Formel (I) enthält und das Haar sodann wäscht oder ausspült und schließlich trocknet.

- 5 Das erfindungsgemäß verwendete Mittel zur oxidativen Färbung von menschlichen Haaren, enthaltend mindestens einen Oxidationshaarfärbstoff, dadurch gekennzeichnet, dass es 0,01 bis 10 Gew.% mindestens eines Silans der Formel (I) oder dessen Salz enthält, ist ebenfalls neu und daher Erfindungsgegenstand.
- 10 Das Haar kann entweder mit „direktziehenden“ Haarfarbstoffen nur an der Oberfläche angefärbt bzw. getönt werden oder mit Oxidationshaarfärbstoffen auch im Haarinneren und damit permanent gefärbt werden. Die erfindungsgemäße Verwendung betrifft beide Haarfärbeverfahren.
- 15 Beim oxidativen Färben wird das Haar mit einem durch Vermischen einer speziellen Farbstoffträgermasse auf der Basis einer Entwicklersubstanz-Kupplersubstanz-Kombination mit einer speziellen Oxidationsmittelzubereitung erhaltenen Haarfärbemittel behandelt.
- 20 Die erste Komponente wird als Farbstoffträgermasse bezeichnet und enthält die Farbstoffe. Sie kann als Flüssigkeit, Gel oder auch als Emulsion vorliegen. Die zweite Komponente ist eine wässrige, flüssige, cremeförmige oder pulverförmige Oxidationsmittelzubereitung.
- 25 Die Färbung entsteht durch die Reaktion bestimmter Entwicklersubstanzen mit bestimmten Kupplersubstanzen in Gegenwart eines geeigneten Oxidationsmittels, zum Beispiel Wasserstoffperoxid.
- 30 In der Färbepaxis wird die Farbträgermasse (Komponente A) vor der Anwendung mit einer wässrigen Wasserstoffperoxidlösung, -emulsion oder -creme (Komponente B) vermischt, beispielsweise in einem Mischungsverhältnis von 1 : 1 bis 1 : 2, wobei die Vermischung der Farbträgermasse mit der Wasserstoff-

peroxidzubereitung, zum Beispiel in einer Auftrageflasche, mit der das gebrauchsfertige Oxidationshaarfärbemittel nach dem Mischen auf das zu färbende Haar aufgebracht wird, erfolgen kann.

- 5 Die Farbträgermasse der Komponente (A) enthält als Oxidationshaarfärbstoffe mindestens eine Kupplersubstanz und mindestens eine Entwicklersubstanz sowie gegebenenfalls zusätzlich mit sich selbst kuppelnde Farbvorstufen und gegebenenfalls zur Nuancierung zusätzlich direkt auf das Haar aufziehende Farbstoffe.

10

Die Entwicklersubstanzen und Kupplersubstanzen werden in den Haarfärbemitteln entweder in Form der freien Base oder in Form ihrer physiologisch unbedenklichen Salze mit anorganischen oder organischen Säuren, wie zum Beispiel als Chlorid, Sulfat, Phosphat, Acetat, Propionat, Lactat oder Citrat, eingesetzt.

15

Die Kupplersubstanzen und Entwicklersubstanzen werden vorzugsweise in etwa äquimolarer Menge eingesetzt. Es ist jedoch nicht nachteilig, wenn die Kupplersubstanzen gegenüber den Entwicklersubstanzen in einem Überschuss oder

- 20 Gemisch von bekannten Entwicklersubstanzen als auch die Kupplerkomponente ein Gemisch von bekannten Kupplersubstanzen darstellen kann.

Als geeignete Entwicklersubstanzen sind beispielsweise zu nennen:

- 25 1,4-Diamino-benzol (p-Phenylendiamin), 1,4-Diamino-2-methyl-benzol (p-Toluyldiamin), 2,5-Diaminoanisol, 2,5-Diaminobenzylalkohol, 1,4-Diamino-2,6-dimethyl-benzol, 1,4-Diamino-2,5-dimethyl-benzol, 1,4-Diamino-2,3-dimethyl-benzol, 2-Chlor-1,4-diaminobenzol, 4-Phenylamino-anilin, 4-Dimethylamino-anilin, 4-Diethylamino-anilin, 4-[Di(2-hydroxyethyl)amino]-anilin, 4-[(2-Methoxyethyl)amino]-anilin, 4-[(3-Hydroxypropyl)amino]-anilin, 1,4-Diamino-2-(2-hydroxyethyl)-benzol, 1,4-Diamino-2-(1-methylethyl)-benzol, 1,3-Bis[(4-aminophenyl)-(2-hydroxyethyl)amino]-2-propanol, 1,8-Bis(2,5-diaminophenoxy)-3,6-dioxaoctan, 4-
- 30

Amino-phenol, 4-Amino-3-methyl-phenol, 4-Methylamino-phenol, 4-Amino-2-(aminomethyl)-phenol, 4-Amino-2-[(2-hydroxyethyl)-amino]methyl-phenol, 4-Amino-2-(methoxymethyl)-phenol, 4-Amino-2-(2-hydroxyethyl)-phenol, 5-Amino-salicylsäure, 2,5-Diamino-pyridin, 2,4,5,6-Tetraamino-pyrimidin, 2,5,6-Triamino-4-(1H)-pyrimidon, 4,5-Diamino-1-(2-hydroxyethyl)-1H-pyrazol, 4,5-Diamino-1-(1-methylethyl)-1H-pyrazol, 4,5-Diamino-1-[(4-methylphenyl)methyl]-1H-pyrazol, 1-[(4-Chlorphenyl)methyl]-4,5-diamino-1H-pyrazol, 4,5-Diamino-1-methyl-1H-pyrazol, 2-Amino-phenol, 2-Amino-6-methyl-phenol und 2-Amino-5-methyl-phenol, allein oder im Gemisch miteinander.

10

Als geeignete Kupplersubstanzen sind beispielsweise zu nennen:

N-(3-Dimethylamino-phenyl)-harnstoff, 2,6-Diamino-pyridin, 2-Amino-4-[(2-hydroxyethyl)amino]-anisol, 2,4-Diamino-1-fluor-5-methyl-benzol, 2,4-Diamino-1-methoxy-5-methyl-benzol, 2,4-Diamino-1-ethoxy-5-methyl-benzol, 15 2,4-Diamino-1-(2-hydroxyethoxy)-5-methyl-benzol, 2,4-Di[(2-hydroxyethyl)amino]-1,5-dimethoxy-benzol, 2,3-Diamino-6-methoxy-pyridin, 3-Amino-6-methoxy-2-(methylamino)-pyridin, 2,6-Diamino-3,5-dimethoxy-pyridin, 3,5-Diamino-2,6-dimethoxy-pyridin, 1,3-Diamino-benzol, 2,4-Diamino-1-(2-hydroxyethoxy)-benzol, 1-(2-Aminoethoxy)-2,4-diamino-benzol, 2-Amino-1-(2-hydroxyethoxy)-4-20 methylamino-benzol, 2,4-Diaminophenoxy-essigsäure, 3-[Di(2-hydroxyethyl)amino]-anilin, 4-Amino-2-di[(2-hydroxyethyl)amino]-1-ethoxy-benzol, 5-Methyl-2-(1-methylethyl)-phenol, 3-[(2-Hydroxyethyl)amino]-anilin, 3-[(2-Aminoethyl)amino]-anilin, 1,3-Di(2,4-diaminophenoxy)-propan, Di(2,4-diaminophenoxy)-methan, 1,3-Diamino-2,4-dimethoxy-benzol, 2,6-Bis(2-25 hydroxyethyl)amino-toluol, 4-Hydroxyindol, 3-Dimethylamino-phenol, 3-Diethylamino-phenol, 5-Amino-2-methyl-phenol, 5-Amino-4-fluor-2-methyl-phenol, 5-Amino-4-methoxy-2-methyl-phenol, 5-Amino-4-ethoxy-2-methyl-phenol, 3-Amino-2,4-dichlor-phenol, 5-Amino-2,4-dichlor-phenol, 3-Amino-2-methyl-phenol, 3-Amino-2-chlor-6-methyl-phenol, 3-Amino-phenol, 2-[(3-30 Hydroxyphenyl)amino]-acetamid, 5-[(2-Hydroxyethyl)amino]-2-methyl-phenol, 3-[(2-Hydroxyethyl)amino]-phenol, 3-[(2-Methoxyethyl)amino]-phenol, 5-Amino-2-ethyl-phenol, 2-(4-Amino-2-hydroxyphenoxy)-ethanol, 5-[(3-Hydroxypropyl)-

amino]-2-methyl-phenol, 3-[(2,3-Dihydroxy-propyl)amino]-2-methyl-phenol, 3-[(2-Hydroxyethyl)amino]-2-methyl-phenol, 2-Amino-3-hydroxy-pyridin, 5-Amino-4-chlor-2-methyl-phenol, 1-Naphthol, 1,5-Dihydroxy-naphthalin, 1,7-Dihydroxy-naphthalin, 2,3-Dihydroxy-naphthalin, 2,7-Dihydroxy-naphthalin, 2-Methyl-1-naphthol-acetat, 1,3-Dihydroxy-benzol, 1-Chlor-2,4-dihydroxy-benzol, 2-Chlor-1,3-dihydroxy-benzol, 1,2-Dichlor-3,5-dihydroxy-4-methyl-benzol, 1,5-Dichlor-2,4-dihydroxy-benzol, 1,3-Dihydroxy-2-methyl-benzol, 3,4-Methylenedioxy-phenol, 4-( $\beta$ -Hydroxyethylamino)-1,2-methylenedioxybenzol, 3,4-Methylenedioxy-anilin, 5-[(2-Hydroxyethyl)amino]-1,3-benzodioxol, 5-Hydroxy-1,3-benzodioxol, 5-Amino-1,3-benzodioxol, 4-Methoxy-1-naphthol, 2-Methyl-1,3-dihydroxy-benzol, 6-Brom-1-hydroxy-3,4-methylenedioxy-benzol, 3,4-Diamino-benzoesäure, 3,4-Dihydro-6-hydroxy-1,4(2H)-benzoxazin, 6-Amino-3,4-dihydro-1,4(2H)-benzoxazin, 3-Methyl-1-phenyl-5-pyrazolon, 5,6-Dihydroxy-indol, 5,6-Dihydroxy-Indolin, 5-Hydroxy-indol, 6-Hydroxy-indol, 7-Hydroxy-indol, 2,3-Indolindion, 2,4-Dihydroxyphenol-ether wie 2,4-Dihydroxyanisol und 2,4-Dihydroxyphenoxyethanol.

Die Gesamtmenge der in der Komponente (A) enthaltenen Entwicklersubstanz-Kupplersubstanz-Kombination beträgt etwa 0,01 bis 12,0 Gewichtsprozent, insbesondere etwa 0,2 bis 4,0 Gewichtsprozent.

Zur Erzielung bestimmter Farbnuancen können ferner auch übliche direktziehende Farbstoffe, beispielsweise Triphenylmethanfarbstoffe wie Diamond Fuchsine (C.I. 42 510) und Leather Ruby HF (C.I. 42 520), aromatische Nitrofarbstoffe wie 2-Amino-4,6-dinitro-phenol, 2-Nitro-4-(n-hydroxyethylamino)-anilin, 2-N- $\beta$ , $\beta$ -Dihydroxypropylamino-5-(N-methyl,N-hydroxyethyl)amino-nitrobenzol und 2-Amino-4-nitrophenol, Azofarbstoffe wie Acid Brown 4 (C.I. 14 805) und Acid Blue 135 (C.I. 13 385), Anthrachinonfarbstoffe wie Disperse Violet 4 (C.I. 61 105), Disperse Blue 1 (C.I. 64 500), Disperse Red 15 (C.I. 60 710), Disperse Violet 1 (C.I. 61 100), 1,4,5,8-Tetraaminoanthrachinon und 1,4-Diaminoanthrachinon, in der Komponente (A) enthalten sein.

Die Komponente (A) kann weiterhin auch mit sich selbstkuppelnde Farbvorstufen, wie zum Beispiel 2-Amino-5-methylphenol, 2-Amino-6-methylphenol, 2-Amino-5-ethoxyphenol oder auch 2-Propyl-amino-5-aminopyridin, enthalten.

- 5 Die Gesamtmenge der direktziehenden Farbstoffe und der mit sich selbst kuppelnden Farbstoffvorstufen beträgt in der Komponente (A) etwa 0,01 bis 7,0 Gewichtsprozent, vorzugsweise etwa 0,2 bis 4,0 Gewichtsprozent.

- 10 Die Komponente (A) enthält weiterhin eine Kombination von nichtionischen und anionischen oberflächenaktiven Verbindungen (sogenannten Tensiden oder Emulgatoren), vorzugsweise in einer Gesamtmenge von etwa 0,1 bis 25 Gewichtsprozent, insbesondere etwa 1,0 bis 20 Gewichtsprozent. Als nichtionische oberflächenaktive Verbindungen können insbesondere oxethylierte  $C_{10}$ - bis  $C_{20}$ -Fettalkohole, oxethylierte Sorbitanfettsäure- ( $C_{12}$  bis  $C_{18}$ )-partialester, oxethylierte  
 15 Glycerinfettsäure- ( $C_{12}$  bis  $C_{18}$ )-partialester oder Gemische dieser Verbindungen, wobei ein Oxethylierungsgrad von 1 bis 30, insbesondere von 2 bis 6, bevorzugt ist, oder ( $C_{12}$ - bis  $C_{18}$ -Alkyl)glucoside eingesetzt werden. Als anionische oberflächenaktive Verbindungen können insbesondere Alkylsulfate, Alkylethersulfate mit einem  $C_{10}$ - bis  $C_{20}$ -Alkylrest oder Gemische derselben eingesetzt werden, wobei  
 20 ein Oxethylierungsgrad von 1 bis 8, insbesondere von 1 bis 6, bevorzugt ist. Als Aminosäure können sowohl neutrale als auch saure oder basische Aminosäuren verwendet werden. Beispiele für geeignete Aminosäuren sind Glycin, Alanin, Valin, Leucin, Glutaminsäure und Arginin. Die Gesamtmenge an Aminosäuren beträgt in dem erfindungsgemäßen Mittel vorzugsweise 0,01 bis 5 Gewichtsprozent.  
 25

- In der Komponente (A) sind vorzugsweise ferner 1- oder 2-wertige Alkohole, beispielsweise niedermolekulare  $C_1$ - bis  $C_4$ -Alkohole oder  $C_2$ - bis  $C_6$ -Glykole, wie zum Beispiel Ethanol, Propanol, Isopropanol, Ethylenglykol, 1,2-Propylenglykol  
 30 oder Butylenglykol, beziehungsweise deren Gemische enthalten, wobei die Einsatzmenge dieser Alkohole vorzugsweise gleich etwa 1 bis 40 Gewichtsprozent, insbesondere etwa 5 bis 30 Gewichtsprozent, ist.

Gegebenenfalls können der Komponente (A) spezielle Pflegestoffe und/oder Wirkstoffe, wie zum Beispiel Proteinhydrolysate, beispielsweise Keratinhydrolysate, Elastinhydrolysate, Kollagenhydrolysate, Seidenproteinhydrolysate, Milcheiweißhydrolysate, Sojaproteinhydrolysate oder Weizenproteinhydrolysate; Panthenol; Allantoin; Pyrrolidonsäuren oder deren Salze; Pflanzenextrakte oder Vitamine; oder kationische Polymere; alleine oder in Kombination miteinander, zugesetzt werden, wobei diese Verbindungen vorzugsweise in einer Gesamtkonzentration von etwa 0,01 bis 5 Gewichtsprozent, insbesondere etwa 0,01 bis 1 Gewichtsprozent, in der Komponente (A) enthalten sind.

Darüberhinaus können in der Komponente (A) Antioxidantien, wie zum Beispiel Ascorbinsäure, Thioglykolsäure oder Natriumsulfit, oder Komplexbildner für Schwermetalle, beispielsweise Ethylendiamino-tetraacetat oder Nitrilotriessigsäure, in einer Menge von bis zu etwa 0,5 Gewichtsprozent enthalten sein. Parfüm-  
öle können in der Komponente (A) in einer Menge von bis zu etwa 1 Gewichtsprozent enthalten sein.

Die Komponente (B) enthält als Oxidationsmittel zur Entwicklung der Haarfärbung insbesondere Wasserstoffperoxid oder dessen Additionsverbindungen an Harnstoff, Melanin und Natriumborat, wobei das Oxidationsmittel vorzugsweise in einer Menge von etwa 1 bis 18 Gewichtsprozent, insbesondere etwa 4 bis 14 Gewichtsprozent eingesetzt wird. Besonders bevorzugt ist hierbei die Verwendung von 1 bis 18 Gewichtsprozent Wasserstoffperoxid

Falls die oxidationsmittelhaltige Komponente (B) emulsionsförmig vorliegt, kann sie vorteilhaft Fettalkohol sowohl natürlicher als auch synthetischer Herkunft enthalten, wobei C<sub>14</sub>- bis C<sub>20</sub>-Fettalkohole, insbesondere Cetylalkohol und Stearylalkohol oder deren Gemische, bevorzugt sind. Die Einsatzmenge des Fettalkohols in der Komponente (B) beträgt etwa 2 bis 15 Gewichtsprozent, vorzugsweise 5 bis 12 Gewichtsprozent. Die Komponente (B) enthält vorzugsweise etwa 0,1 bis 5 Gewichtsprozent, insbesondere etwa 0,3 bis 3 Gewichtsprozent, eines

- Polypropylenglykolethers, Polyethylenglykolethers oder Polyethylenglykol/Polypropylenglykolethers. Als Polypropylenglykolether, Polyethylenglykolether oder Polyethylenglykol/Polypropylenglykolether können beispielsweise genannt werden: PPG-16 Butyl Ether, der PPG-1-PEG-9 Lauryl Glykol Ether, PPG-38 Buteth-37 oder PPG-1-PEG-9 Lauryl Ether. Die Komponente (B) enthält vorteilhaft ferner etwa 0,5 bis 10 Gewichtsprozent, vorzugsweise jedoch etwa 1 bis 7 Gewichtsprozent an Acrylates/Steareth-20 Itaconate Copolymer oder Acrylates/Ceteth-20 Itaconate.
- 10 Die vorstehenden Gewichtsprozentangaben beziehen sich jeweils auf die Gesamtmenge der Komponente (A) beziehungsweise auf die Gesamtmenge der Komponente (B).

- Das Haarfärbemittel zum temporären Färben bzw. Tönen von Haaren mit direktziehenden Haarfarbstoffen entspricht in seiner Zusammensetzung der Komponente (A), enthält jedoch als Haarfarbstoffe keine Oxidationshaarfarbstoffe oder mit sich selbst kuppelnde Farbstoffvorstufen, sondern lediglich einen oder mehrere der vorstehend genannten oder anderer direktziehenden Farbstoffe in den angegebenen Mengen.

- Bei dem erfindungsgemäßen Verfahren zur Verbesserung des Haarzustandes nach dem Haarfärben wird die Farbträgermasse (Komponente (A)) unmittelbar vor dem Gebrauch mit der Wasserstoffperoxidzubereitung (Komponente (B)) in einem Gewichtsverhältnis von 1 : 1 bis 1 : 4, vorzugsweise in einem Gewichtsverhältnis von 1 : 1 bis 1 : 3, vermischt bzw. das temporäre Haarfärbemittel direkt verwendet und eine für die Haarfärbung ausreichende Menge des gebrauchsfertigen Haarfärbemittels, je nach Haarfülle im allgemeinen 60 bis 160 g, auf das vorzugsweise zuvor gewaschene Haar aufgetragen. Nach einer Einwirkungszeit von etwa 5 bis 40 Minuten, vorzugsweise etwa 20 bis 30 Minuten, bei 15 bis 50 Grad Celsius wird das Haar mit Wasser ausgespült, gegebenenfalls mit einem Shampoo gewaschen und vorzugsweise getrocknet. Sodann wird das Haar mit dem vorstehend beschriebenen, das Silan enthaltenden Mittel behandelt.

Eine vorteilhafte Ausführungsform der Erfindung betrifft die Verwendung der Silane der Formel (I) oder deren Salze, vorzugsweise in einer Menge von 0,01 bis 10 Gew.%, besonders bevorzugt in einer Menge von 0,1 bis 5 Gew.%, in einem Dauerwellvorbehandlungsmittel. Das Dauerwellvorbehandlungsmittel wird vor der Anwendung der Dauerwellmittel (Reduktionsmittel und oxidative Fixierung) mit den Haaren, besonders den Haarspitzen, in Kontakt gebracht. Das Silan versiegelt bevorzugt die besonders geschädigten Stellen des Haares – insbesondere die Haarspitzen – und schützt sie so vor der Einwirkung des danach anzuwendenden reduzierenden Dauerwellmittels.

Alle in der vorliegenden Beschreibung genannten Prozentangaben stellen, soweit nicht anders angegeben, Gewichtsprozente, bezogen auf das Gesamtgewicht der jeweiligen Zusammensetzung, dar.

15

## Versuche

### Messung der Auswaschbarkeit der Haarfarbe

Geblichte und dauergewellte menschliche Haarsträhnen wurden zunächst mit einem handelsüblichen Oxidationshaarfärbemittel Koleston Perfect Nuancen 4/6, 6/45 oder 8/46 (Hersteller: Wella AG/Darmstadt) in an sich bekannter Weise gefärbt. Die Farbsintensität ( $E^0$ ) wurde am getrockneten Haar mit einem handelsüblichen Farbmessgerät Minolta Chroma-Meter II Reflectance gemessen. Nun wurde eine 1%-ige, 3%-ige oder 5%-ige wässrige Lösung von 1H,1H,2H,2H-Perfluorooctyltriethoxysilan (PFOS) entweder ohne vorherigem Ansäuern des Haares mit Zitronensäurelösung (Versuch Nr. 2 bis 4) oder mit Ansäuern des Haares mit 2%-iger Zitronensäurelösung (Versuch Nr. 5 bis 7) auf das Haar aufgebracht, nach 15 Minuten Einwirkungszeit mit Wasser abgespült und das Haar schließlich getrocknet. Anschließend wurde das Haar mit einem handelsüblichen Shampoo 5 Minuten lang gewaschen, mit Wasser gespült und erneut getrocknet. Sodann wurde die Farbsintensität E erneut gemessen. Die nachfolgende Tabelle 1 zeigt die berechneten Farbsintensitätsdifferenzen ( $\Delta E$ ) zwischen der anfänglichen

30



Farbintensität ( $E^*$ ) und der Farbintensität nach der Haarwäsche ( $E$ ) in Abhängigkeit von der verwendeten Konzentration der Silanlösung. Versuch 1 zeigt zum Vergleich das Ergebnis an einer Strähne, die nach dem Färben nicht mit einer Silanlösung behandelt wurde (Standard).

5

Die Tabelle 1 zeigt, dass gegenüber dem Standard ohne Anwendung einer Silanlösung (Versuch 1) durch die Versiegelung des Haares mit den Silanlösungen nach einer Oxidationshaarfärbung (Versuche 2 bis 7) die Auswaschbarkeit der Färbung drastisch verringert wird, so dass eine ausgezeichnete Farbbeständigkeit erreicht wird.

10

**Tabelle 1: Messung der Auswaschbeständigkeit der Haarfärbung**

Farbdifferenz		$\Delta E$	$\Delta E$	$\Delta E$
Koleston Perfect-Nuance		4/6	6/45	8/46
Versuch Nr.	Silankonzentration			
1	ohne	10,69	16,54	6,33
2	1%	7,79	7,59	3,74
3	3%	7,35	7,14	2,67
4	5%	4,12	5,56	3,49
5	1%	3,34	1,87	0,81
6	3%	2,65	2,36	1,31
7	5%	1,64	2,43	0,65

### Messung der Repairwirkung

Das Organosilan, z. B. das bevorzugte Fluorsilan, wurde in Isopropanol gelöst und in den nachfolgenden Versuchen 1 und 4 (Tabelle 2) mit Wasser vorhydrolysiert. Das Haar wurde sodann jeweils 1 Minute lang mit der das Organosilan enthaltenden Zubereitung behandelt. Die so beschichteten Haare wurden anschließend bei Raumtemperatur getrocknet.

Die Ermittlung der Reißkraft von Haaren, die ein Indikator für die strukturelle Integrität des Haarcortex und damit ein Maß für den Schädigungsgrad ist, erfolgt durch für diese Zwecke übliche Zug-Dehnungs-Messungen. Von jeder Haarsträhne werden 20 Einzelhaare ausgewählt und die einzelnen Haardurchmesser mit einem computergesteuerten Lasermikrometer bestimmt. Anschließend wird mit einem Zug-Dehnungs-Meßgerät (MTT 160/600 Series Miniature Tensile Tester, Serial No. 600.95.05.001, Fa. DIA-STRON Ltd., England) die Kraft gemessen, die nötig ist, um die einzelnen Haare zum Zerreißen zu bringen. Aus diesen einzelnen, aufgrund der unterschiedlichen Haardurchmesser voneinander abweichenden Reißkraft-Meßwerten wird die sog. Bündelzugfestigkeit (BZF) ermittelt, indem aus den Einzelwerten unter Berücksichtigung der jeweiligen Haardurchmesser die Reißkraft für einen Haardurchmesser von 0,08 mm (mittlerer Durchmesser) errechnet wird. Durch Einbeziehung der Haardichte erfolgt schließlich die Umrechnung in die Einheit der Bündelzugfestigkeit (cN/tex). Je größer der Zahlenwert der Bündelzugfestigkeit, desto geringer ist die Haarschädigung.

Es wurde festgestellt, dass der Zusatz von Organosilan eine deutliche Haarstärkung bzw. Repairwirkung bewirkt.

### Messung der Kämmbarkeitsverbesserung

Die Kämmbarkeit des Haares ist ebenfalls ein wichtiger Parameter zur Beschreibung des Haarzustandes. Verschiedene äußere Einwirkungen wie bestimmte kosmetische Behandlungen (Bleichen, Färben, Dauerwellen), Bewetterung,

häufiges Kämmen und Bürsten verschlechtern die Kämmbarkeit des Haares, was auf eine Schädigung der Cuticula zurückzuführen ist.

Das Prinzip der meisten Verfahren zur messtechnischen Erfassung der Kämmbarkeit besteht darin, die Kraft (Kämmkraft) zu messen, die nötig ist, um einen Kamm unter exakt definierten Randbedingungen durch eine Haarsträhne zu kämmen.

Im Rahmen der eigenen Untersuchung wurde dazu eine automatisierte Apparatur verwendet, bei der ein mechanischer Greifarm die zu untersuchenden Strähnen aus einem Lager holt und auf den Haken einer Kraftmessdose hängt. Dann werden die Strähnen nacheinander mehrmals automatisch mit konstanter Geschwindigkeit gekämmt und für jeden Kämmvorgang wird die Kämmkraft  $N$  (Newton) als Funktion der Kämmstrecke (Strähnenlänge) aufgenommen. Die angegebenen Kämmkraftwerte ergeben sich schließlich aus einer Mittelwertbildung der Kämmkräfte über die Kämmstrecke. Je geringer die Kämmkraft ist, desto besser ist die Kämmbarkeit des Haares.

Die Messungen an Haaren, die mit Silanhaltigen und Silanfreien Shampoos behandelt wurden, ergaben folgende Ergebnisse:

Geschädigtes Haar (blondiert) wurde behandelt mit dem Shampoo nach Beispiel 2 jedoch ohne Organosilan (die Menge an Organosilan wurde durch Wasser ersetzt). Die Kämmkraft verringert sich durch den Gehalt an 1 Gew.% Organosilan um etwa 8%. Der Zusatz von Organosilan (PFOS) bedingt somit eine deutlich feststellbare Verbesserung der Nasskämmbarkeit des Haares.

Die Organofluorsilane 1H,1H,2H,2H-Perfluorooctyltriethoxysilan (PFOS) und 1H,1H,2H,2H-Perfluorodecyltriethoxysilan (PFDS) wurden in Isopropanol gelöst und bei den Proben 1 und 4 mit Wasser 1 Stunde lang vorhydrolysiert. Dabei wurden den Silanlösungen jeweils die halbe stöchiometrische Menge an Wasser zugesetzt. Die Versuche wurden mit unterschiedlich lang gebleichten Haaren

- durchgeführt. Die Bleichdauer betrug von 5 min bis 30 min. Die Haarsträhnen wurden jeweils vollständig in die Silanlösungen eingetaucht, um einen Einfluss der Tauchtiefe auf die Ergebnisse der nachfolgend ausgeführten Kämmkraft- und Glanzmessungen auszuschließen. Die beschichteten Haare wurden anschließend bei Raumtemperatur getrocknet. An den Strähnen Nr. 1 bis 12 wurde anschließend die Wasseraufnahmekapazität bestimmt. Diese Strähnen wurden außerdem mit dem Rasterelektronenmikroskop untersucht. An den Strähnen Nr. 13 bis 20 wurden Kämmkraft und Glanzmessungen durchgeführt.
10. Die durchgeführten Beschichtungen sind in den nachfolgenden Tabellen 2 und 3 angegeben.

**Tabelle 2: Beschichtung von Haarsträhnen mit Organofluorsilanen**

Haarprobe Nr.	Bleichdauer min	Silan	Silangehalt in Isopropanol	Zustand
1	30	PFOS	10 %	Silan vorhydrolysiert
2	30	PFOS	1 %	Haar angefeuchtet
3	30	PFOS	1 %	Haar trocken
4	30	PFOS	1 %	Silan vorhydrolysiert
5	30	PFDS	0,5 %	Haar trocken
6	30	PFDS	1 %	Haar trocken
7	30	PFDS	2 %	Haar trocken
8	5	PFDS	1 %	Haar trocken
9	10	PFDS	1 %	Haar trocken
10	15	PFDS	1 %	Haar trocken
11	20	PFDS	1 %	Haar trocken
12	25	PFDS	1%	Haar trocken

**Tabelle 3: Beschichtung von gebleichten und ungebleichten Haarsträhnen**

Haarprobe Nr.	Zustand	Silan	Silangehalt in Isopropanol
13	ungebleicht	PFDS	0,1 %
14	gebleicht	PFDS	0,1 %
15	ungebleicht	PFDS	1 %
16	gebleicht	PFDS	1 %
17	ungebleicht	PFOS	0,1 %
18	gebleicht	PFOS	0,1 %
19	ungebleicht	PFOS	1 %
20	gebleicht	PFOS	1 %

5

### Charakterisierung

Die beschichteten Haare wurden unter dem Rasterelektronenmikroskop untersucht. In den Abbildungen 1a und 1b sind zum Vergleich die Aufnahmen zweier mit vorhydrolysiertem 1H,1H,2H,2H-Perfluorooctyltriethoxysilan beschichteten Haarsträhnen dargestellt. Das Bild (1a) zeigt hierbei eine Strähne, bei der 10 % 1H,1H,2H,2H-Perfluorooctyltriethoxysilan in Lösung (Haarprobe 1) eingesetzt wurden. Im Bild (1b) wurden nur 1 % des Perfluorooctyltriethoxysilans (Haarprobe 4) verwendet. Beide Aufnahmen lassen erkennen, dass das Silan sehr gut auf die Haare aufzieht und einen geschlossenen Film auf der Haaroberfläche ausbildet, der bei Erhöhung der Konzentration deutlich dicker wird.

15

### Bestimmung der Wasseraufnahmekapazität

Die beschichteten Haare wurden vor der Messung zunächst für eine Stunde bei 50° C im Ofen getrocknet und sodann gewogen und so das 100%-Gewicht bestimmt. Die Haarsträhnen wurden anschließend bis auf einen Rest am oberen Ende von 1 cm Länge in Leitungswasser eingetaucht, 10 Sekunden lang geschwenkt, abtropfen gelassen und zwei mal mit der Spitze auf Küchenpapier aufgetupft. Danach wurde erneut das Gewicht bestimmt. Eine zweite oder dritte Wägung erfolgte nach 10 beziehungsweise 45 Minuten. Zum Schluss wurden die Haare mit Küchenpapier abgetrocknet und nochmals gewogen.

10

In Abbildung 2 ist die Wasseraufnahmekapazität einer unbehandelten Haarsträhne (obere Kurve) im Vergleich zu einer mit dem Organofluorsilan beschichteten (untere Kurve) aufgetragen.

15

Deutlich erkennbar ist hier die verminderte Wasseraufnahme der beschichteten Haare. Die Organofluorsilanbehandlung führt zu einer Aufnahme von nur 40% der Wassermenge, die von den unbehandelten Haaren aufgenommen wird. Aufgrund dieser Tatsache wird auch die Trocknungszeit verkürzt. Derart behandelte Haare sind somit beispielsweise beim Föhnen einer geringeren Belastung ausgesetzt, da Föndauer und Föntemperatur verringert werden können.

20

Im weiteren wurde die Abhängigkeit dieses Hydrophobierungseffektes von der Konzentration des eingesetzten Silans und von der Dauer der Haarbleichung untersucht. Wie sich bei den rasterelektronenmikroskopische Untersuchungen zeigte, kann durch eine höhere Konzentration an Silan die Filmdicke auf den Haaren erhöht werden (vgl. Abbildung 1a und 1b). Bei der Messung der Wasseraufnahmekapazität zeigte sich, dass bei einem höheren Gehalt an Silan die Wasseraufnahme, entsprechend einer vollständigeren Bedeckung der Haaroberfläche, absinkt. Der Verlauf der Kurve in Abbildung 3 deutet auf eine Sättigung hin, sobald die Haaroberfläche komplett mit Silan bedeckt ist.

30

Die Behandlung von Haaren mit Organofluorsilanen als hydrophobierende Komponente führt zu einer verringerten Wasseraufnahme der Haare. Die Trocknungszeit kann hierdurch verkürzt und eine Quellung der Haare, zum Beispiel bei feuchtem Wetter, verringert werden. Die Kämmbarkeit und der Glanz der Haare wird durch die Organofluorsilanbehandlung verbessert. Die Silane ziehen sehr gleichmäßig auf die Haare auf und bilden einen geschlossenen Film auf der Haaroberfläche aus. Sie eignen sich aufgrund dieser Eigenschaft hervorragend dazu, vorher gefärbtes Haar zu versiegeln und damit ein Auswaschen oder „Ausbluten“ der Farbe zu verhindern. Nach einer Haarfärbung angewandt, verbessern sie nicht nur den Haarzustand, sondern gewährleisten eine länger beständige Haarfärbung. Es wird dabei insbesondere die Schweiß-, Licht-, Dauerwell- und Waschbeständigkeit des gefärbten Haares deutlich verbessert.

Die nachfolgenden Beispiele sollen den Gegenstand näher erläutern.

### Beispiele

#### Beispiel 1: Haarspray

Vinylacetat/Crotonsäure-Copolymer	2,00 Gew.%
2-Amino-2-methyl-1-propanol	0,16 Gew.%
Isopropanol	37,84 Gew.%
1H,1H,2H,2H-Perfluorooctyltriethoxysilan (PFOS)	1,60 Gew.%
Parfümöl	0,10 Gew.%
Propan/Butan	ad 100,00 Gew.%

**Beispiel 2: Haarshampoo**

Natriumlaurylethersulfat (25%ige wässrige Lösung)	40,0 Gew.%
NaCl	4,0 Gew.%
1H,1H,2H,2H-Perfluorooctyltriethoxysilan (PFOS)	1,0 Gew.%
Wasser	ad 100,0 Gew.%

5

**Beispiel 3: Haarshampoo**

Natriumlaurylethersulfat (25%ige wässrige Lösung)	35,0 Gew.%
NaCl	3,0 Gew.%
Triethanolamin	4,0 Gew.%
1,2-Dibrom-2,4-dicyanobutamin-2-phenoxyethanol	0,1 Gew.%
Parfümöl	0,1 Gew.%
1H,1H,2H,2H-Perfluorodecyltriethoxysilan (PFDS)	2,0 Gew.%
Wasser	ad 100,0 Gew.%

**Beispiel 4: Haarkur**

10

Glycerinmonostearat	6,0 Gew.%
Lanolinalkoxylat	2,0 Gew.%
Cetylalkohol	2,0 Gew.%
Gemisch aus Lanolinalkohol und Paraffinöl	1,0 Gew.%
Tris-(oligooxyethyl)-alkyl-ammoniumphosphat	1,5 Gew.%
Hydroxyethylcellulose	20,0 Gew.%
Citronensäure	0,1 Gew.%
Sorbinsäure	0,1 Gew.%
Parfümöl	0,1 Gew.%
1H,1H,2H,2H-Perfluorooctyltriethoxysilan (PFOS)	2,0 Gew.%
Wasser	ad 100,0 Gew.%



**Beispiel 5: Schaumkonditioner**

PVP/Vinylimidazoliummethochlorid-Copolymer	5,00 Gew.%
PVP/PVA-Copolymer	1,00 Gew.%
Polyoxyethylen-12-cetylstearylalkohol	0,15 Gew.%
Parfümöl	0,10 Gew.%
1H,1H,2H,2H-Perfluorodecyltriethoxysilan (PFDS)	1,00 Gew.%
Propan/Butan	10,00 Gew.%
Wasser	ad 100,00 Gew.%

5

**Beispiel 6: Brillantine**

Candelillawachs	79,6 Gew.%
Paraffinöl	14,8 Gew.%
Isopropylmyristinat	4,6 Gew.%
Parfümöl	0,5 Gew.%
1H,1H,2H,2H-Perfluorooctyltriethoxysilan (PFOS)	0,5 Gew.%
	<hr/> 100,0 Gew.%

**Beispiel 7: Dauerwellmittel**

Thioglykolsäure (80%ige wässrige Lösung)	9,5 Gew.%
Ammoniak (25% ige wässrige Lösung)	1,6 Gew.%
Ammoniumcarbonat	4,5 Gew.%
1H,1H,2H,2H-Perfluorooctyltriethoxysilan (PFOS)	2,0 Gew.%
Parfümöl	0,2 Gew.%
Wasser	ad 100,0 Gew.%

**Beispiel 8: Dauerwellfixierung**

Wasserstoffperoxid	4,6 Gew.%
Citronensäure	0,2 Gew.%
1H,1H,2H,2H-Perfluorodecyltriethoxysilan (PFDS)	2,0 Gew.%
Parfümöl	0,1 Gew.%
Wasser	ad 100,0 Gew.%

**5 Beispiel 9: Oxidationshaarfärbemittel in Cremeform**

Stearylalkohol	8,00 Gew.%
Paraffinöl	13,00 Gew.%
Wollfett	6,00 Gew.%
Parfüm	0,30 Gew.%
p-Toluyldiamin	0,70 Gew.%
Resorcin	0,05 Gew.%
Aminophenol	0,06 Gew.%
Ethylendiamintetraacetat (EDTA)	0,20 Gew.%
Ammoniak (2%ige wässrige Lösung)	2,00 Gew.%
Natriumsulfit	1,00 Gew.%
1H,1H,2H,2H-Perfluorooctyltriethoxysilan (PFOS)	1,00 Gew.%
Wasser	ad 100,00 Gew.%

## Patentansprüche

- 5 1. Verwendung mindestens eines Silans der Formel



10 wobei m eine ganze Zahl von 0 bis 4 ist, R eine nicht hydrolysierbare organische Gruppe ist und X eine hydrolysierbare Gruppe bedeutet, in einem kosmetischen Mittel zur Verbesserung des Zustandes von Haaren.

2. Verwendung nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass das Silan die Formel



hat, worin n eine ganze Zahl von 0 bis 3 ist, R eine nicht hydrolysierbare organische Gruppe ist und X eine hydrolysierbare Gruppe bedeutet.

- 20 3. Verwendung nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, dass das Silan die Formel

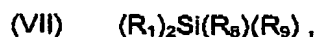
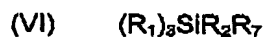


30 hat, wobei o eine ganze Zahl von 0 bis 3 ist, jede Gruppe R unabhängig voneinander substituiertes oder nicht substituiertes Alkyl mit je 1 bis 16 Kohlenstoffatomen oder substituiertes oder nicht substituiertes Hydroxyalkyl mit je 1 bis 16 Kohlenstoffatomen und 1 bis 6 Hydroxylgruppen oder substituiertes oder nicht substituiertes Phenyl bedeutet und jedes X unabhängig voneinander Hydroxy, Halogen, Acetyl, Acetoxy, Acyl, Acyloxy, Alkoxy mit 1 bis 6 Kohlenstoffatomen, eine hydroxylierte Polymereinheit, Po-

lyglycol, oder Polyalkylether mit 4 bis 18 Kohlenstoffatomen bedeuten.

4. Verwendung nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, dass ~~bei dem~~ Silan der Formel (I), (II) oder (III), m, n oder o eine der ganzen Zahlen 1 oder 2 ist.

5. Verwendung nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, dass das Silan ausgewählt ist aus Verbindungen der Formeln



wobei jeweils

$R_1$  unabhängig Halogen oder  $R_6O$  ist, worin  $R_6$  ausgewählt ist aus H; Alkyl; Aryl, Acetyl; Acetoxy; Acyl; Acyloxy; Glycol; Polyglycol; Alkylglycol, Alkylpolyglycol; einem Monoester, gebildet durch Verknüpfen einer Carbonsäure mit 1 bis 24 Kohlenstoffatomen mit Glycol oder Polyglycol; Alkylphenol, substituiert mit Alkyl mit 1 bis 24 Kohlenstoffatomen, deren Ether oder Sorbitanester;

$R_7$  bedeutet  $R_6$ , H, Halogen, halogeniertes oder perhalogeniertes Alkyl oder Aryl,  $NH_2(CH_2)_2NHR_2$ ,  $NH_2R_2$ ,  $C_3H_5O_2R_2$ ,  $C_4H_5O_2R_2$ ,  $NaO(CH_2O)P(O)R_2$ , oder  $ClCH_2C_6H_4R_2$ ,

$R_8$  und  $R_9$  sind unabhängig voneinander  $R_7$ , Alkyl mit 1 bis 24 Kohlenstoffatomen, Isobutyl, Phenyl oder n-Octyl;

$R_2$  ist  $R_6$ , Benzyl oder Vinyl;

$R_3$  and  $R_4$  sind unabhängig voneinander  $R_7$ , Hydroxyalkyl, Alkoxy oder Alkyl

mit 1 bis 6 Kohlenstoffatomen,

$R_3$  ist Hydroxyalkyl,  $R_7CH_2C_6H_5$ , Polyglycol, Alkyl, Alkoxy, Perfluoroalkyl, Perfluoroalkylsulfonat oder Perfluoroalkylcarboxylat oder  $R_3$  und  $R_4$  gemeinsam einen Morpholin oder ein anderes cyclisches or heterocyclisches Molekül darstellen und

Y ein übliches Anion zur Bildung des Salzes der Verbindungen der Formeln IV, V, VI oder VII ist.

6. Verwendung nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, dass das Silan ausgewählt ist aus den Verbindungen

3-(Trimethoxysilyl)propyldimethyloctadecyl-ammoniumchlorid,

3-(Trimethoxysilyl)propylmethyldi(decyl)-ammoniumchlorid,

3-Chloropropyltrimethylsilan, 3-Chloropropyltrimethoxysilan, Octadecyltrimethoxysilan, 1H,1H,2H,2H-Perfluorooctyltriethoxysilan und 1H,1H,2H,2H-Perfluorodecyltriethoxysilan.

7. Verwendung nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, dass das Silan ausgewählt ist aus den Verbindungen

$NH_2(CH_2)_2NH(CH_2)_3Si(OCH_3)_3$ ,  $NH_2(CH_2)_3Si(OCH_3)_3$ ,

$NH_2(CH_2)_3Si(OCH_2CH_3)_3$ ,  $Cl(CH_2)_3Si(OCH_3)_3$ ,  $Cl(CH_2)_3Si(OCH_2CH_3)_3$ ,

$Cl(CH_2)_3SiCl_3$ ,  $C_3H_5O_2(CH_2)_3Si(OCH_3)_3$ ,  $C_3H_5O_2(CH_2)_3Si(OCH_2CH_3)_3$ ,

$C_4H_5O_2(CH_2)_3Si(OCH_3)_3$ ,  $C_4H_5O_2(CH_2)_3Si(OCH_2CH_3)_3$ ,  $CH_3SiHCl_2$ ,

$NaO(CH_3O)P(O)(CH_2)_3Si(OH)_3$ ,  $SiHCl_3$ , n-2-Vinylbenzylamino-ethyl-3-aminopropyltrimethoxysilan HCl,  $H_2C=CHSi(OCOCH_3)_3$ ,

$H_2C=CHSi(OCH_3)_3$ ,  $H_2C=CHSi(OCH_2CH_3)_3$ ,  $H_2C=CHSiCl_3$ ,  $(CH_3)_2SiCl_2$ ,

$(CH_3)_2Si(OCH_3)_2$ ,  $(C_6H_5)_2SiCl_2$ ,  $(C_2H_5)_2SiCl_2$ ,  $(C_2H_5)_2Si(OCH_3)_2$ ,

$(C_2H_5)_2Si(OCH_2CH_3)_2$ , Isobutyltrimethoxysilan, n-Octyltriethoxysilan,

$CH_3(C_6H_5)SiCl_2$ ,  $CH_3SiCl_3$ ,  $CH_3Si(OCH_3)_3$ ,  $C_6H_5SiCl_3$ ,  $C_6H_5Si(OCH_3)_3$ ,

$C_3H_7SiCl_3$ ,  $C_3H_7Si(OCH_3)_3$ ,  $SiCl_4$ ,  $ClCH_2C_6H_4CH_2CH_2SiCl_3$ ,

$ClCH_2C_6H_4CH_2CH_2Si(OCH_3)_3$ ,  $ClCH_2C_6H_4CH_2CH_2Si(OCH_2CH_3)_3$ , De-

cyltrichlorosilan, Dichloromethyl(4-methylphenethyl)silan, Diethoxymethylphenylsilan, Trimethoxysilan, 3-(Dimethoxymethylsilyl)-1-

propanethiol, Dimethoxymethylvinylsilan, 3-Propylmethacrylat, Trichlorosilan, Methylbis(trimethylsilyloxy)vinylsilan, Methyltripropoxysilan, und Trichlorocyclopentysilan.

- 5 8. Verwendung nach einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, dass das Silan der Formel (I) ausgewählt ist aus Verbindungen der Formel



10 wobei

$R_a$  unabhängig Halogen oder  $R_{10}O$  ist, worin  $R_{10}$  ausgewählt ist aus den Gruppen Alkyl mit 1 bis 6 Kohlenstoffatomen, Acetyl, Acetoxy, Acyl, Acyloxy; Glycol; Polyglycol; Alkylglycol mit 1 bis 10 Kohlenstoffatomen und Alkylpolyglycol mit 1 bis 10 Kohlenstoffatomen und  $R_b$  die Bedeutung hat Alkyl mit 1 bis 16 Kohlenstoffatomen, halogeniertes Alkyl mit 1 bis 16 Kohlenstoffatomen oder perhalogeniertes Alkyl der Formel  $C_pZ_{p+1}$  mit  $Z = F, Cl$  oder  $Br$  und  $p = 1$  bis 16.

- 15 9. Verwendung nach einem der Ansprüche 1 bis 8, dadurch gekennzeichnet, dass das Silan der Formel (I) ausgewählt ist aus einem substituierten Silan der Formel



25 wobei  $R_c$  ein geradkettiger oder verzweigter Alkylrest mit 1 bis 5 Kohlenstoffatomen ist und  $R_d$  die Bedeutung geradkettiger oder verzweigter fluoriert oder perfluoriert Alkylrest mit 1 bis 18 Kohlenstoffatomen, vorzugsweise 8 bis 10 Kohlenstoffatomen, hat.

- 30 10. Verwendung nach Anspruch 9, dadurch gekennzeichnet, dass das Silan der Formel (IX) ausgewählt ist aus 1H,1H,2H,2H-Perfluorooctyl-

triethoxysilan und 1H,1H,2H,2H-Perfluorodécyltriethoxysilan.

11. Verwendung nach einem der Ansprüche 1 bis 8, dadurch gekennzeichnet,  
5 dass die Verbesserung des Zustandes des Haares in der Härtung, Stärkung, Versiegelung (insbesondere nach dem Haarfärben oder -tönen), Restrukturierung, Reparatur, Stabilisierung, Erhöhung von Glanz, Volumen und Kämmbarkeit, dem Schutz vor Umwelteinflüssen, dem Hitzeschutz (beim Föhnen und Haarglätten mit einem heißen Eisen), der Vermeidung und der Verringerung von Haarspliss, der Verkürzung der Trocknungszeit  
10 der Haare, der Erhöhung von Spannkraft und Elastizität der Haare sowie der Haltbarkeit der Dauerwelle besteht.
12. Verwendung nach einem der Ansprüche 1 bis 9, dadurch gekennzeichnet,  
15 dass das Silan der Formel (I) an einen UV-Filter gebunden ist, wobei dieser UV-Filter ausgewählt ist aus para-Aminobenzoesäure, Aminobenzoesäure, Salicylsäure, Cinnamsäure, Benzoesäure, Benzophenon und deren Akylderivative oder Anhydride, gemischte Anhydride; wobei die Anbindung das Ergebnis der Entfernung eines Atoms oder einer Gruppe aus den genannten UV-Filtern und die Anbindung des genannten Silans an die freie Valenz  
20 ist.
13. Verwendung nach einem der Ansprüche 1 bis 11 bei strapazierten und/oder geschädigten Haaren.
- 25 14. Verwendung nach einem der Ansprüche 1 bis 13, dadurch gekennzeichnet, dass das Mittel nach einer vorherigen chemischen Behandlung der Haare mit den Haaren in Kontakt gebracht wird.
15. Verwendung nach Anspruch 14, dadurch gekennzeichnet, dass die chemische Behandlung eine Färbung, Tönung, Bleichung oder eine Dauerverformung umfasst.  
30

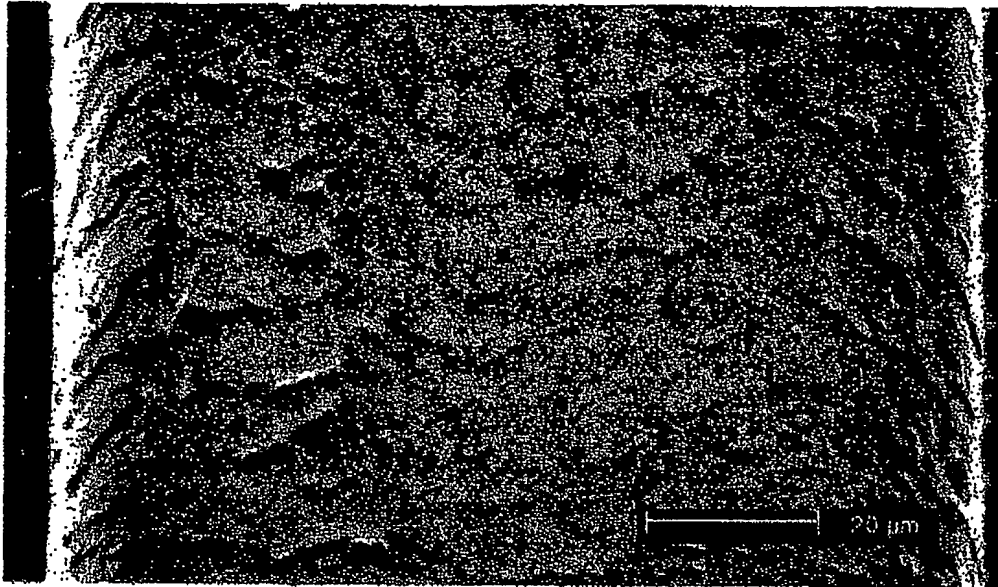
16. Verwendung nach einem der Ansprüche 1 bis 10, in einem Dauerwellvorbehandlungsmittel.
- 5 17. Verwendung nach einem der Ansprüche 14 oder 16 zur kosmetischen Behandlung von empfindlichen, brüchigen und/oder feinen Haaren.
- 10 18. Verwendung nach einem der Ansprüche 1 bis 17, dadurch gekennzeichnet, dass das Silan oder dessen Salz in einer Menge von 0,01 bis 10 Gewichtsprozent, bezogen auf die Gesamtmenge, in dem Mittel enthalten ist.
- 15 19. Verwendung nach einem der Ansprüche 1 bis 18, dadurch gekennzeichnet, dass das Silan oder dessen Salz in einer Menge von 0,1 bis 5 Gewichtsprozent, bezogen auf die Gesamtmenge, in dem Mittel enthalten ist.
- 20 20. Verwendung nach einem der Ansprüche 1 bis 19, dadurch gekennzeichnet, dass das Mittel für eine Dauer von 10 Sekunden bis 60 Minuten bei einer Temperatur zwischen 20°C und 60°C mit den Haaren in Kontakt gebracht wird.
- 25 21. Verfahren zum Färben und gleichzeitigen Verbessern des Zustandes von menschlichen Haaren, dadurch gekennzeichnet, dass man die Haare  
(a) 5 bis 40 min lang mit einem direktziehenden Haarfärbemittel oder einem Oxidationshaarfärbemittel in Kontakt bringt,  
(b) das Haarfärbemittel gegebenenfalls mit Wasser abspült und das Haar gegebenenfalls trocknet,  
(c) sodann das Haar 1 bis 40 min lang mit einem ein Silan enthaltenden Mittel nach einem der vorangehenden Verwendungsansprüche 1 bis 18 in Kontakt bringt,  
30 (d) das Haar gegebenenfalls mit Wasser abspült und gegebenenfalls trocknet.



22. Verfahren zum Färben und gleichzeitigen Verbessern des Zustandes von menschlichen Haaren, dadurch gekennzeichnet, dass man das Haar 1 bis 40 min lang mit einem direktziehenden Haarfärbemittel oder einem Oxidationshaarfärbemittel in Kontakt bringt, dass 0,01 bis 10 Gew.% eines Silans gemäß Formel (I) enthält und das Haar sodann wäscht oder ausspült und trocknet.

23. Mittel zur oxidativen Färbung von menschlichen Haaren, enthaltend mindestens einen Oxidationshaarfarbstoff, dadurch gekennzeichnet, dass es 0,01 bis 10 Gew.% mindestens eines Silans der Formel (I) oder dessen Salz enthält.

Abbildung 1a



5 Abbildung 1b

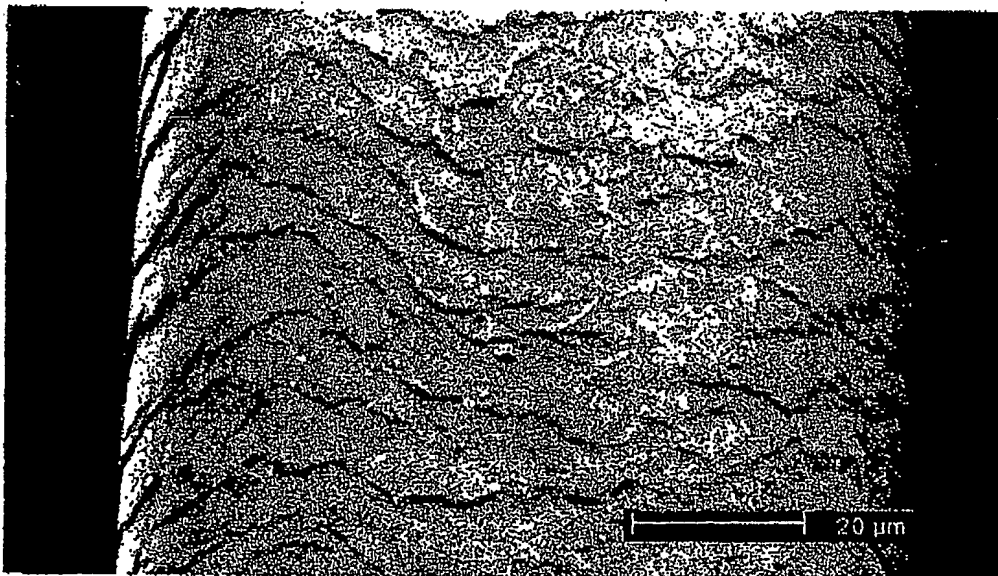


Abbildung 2

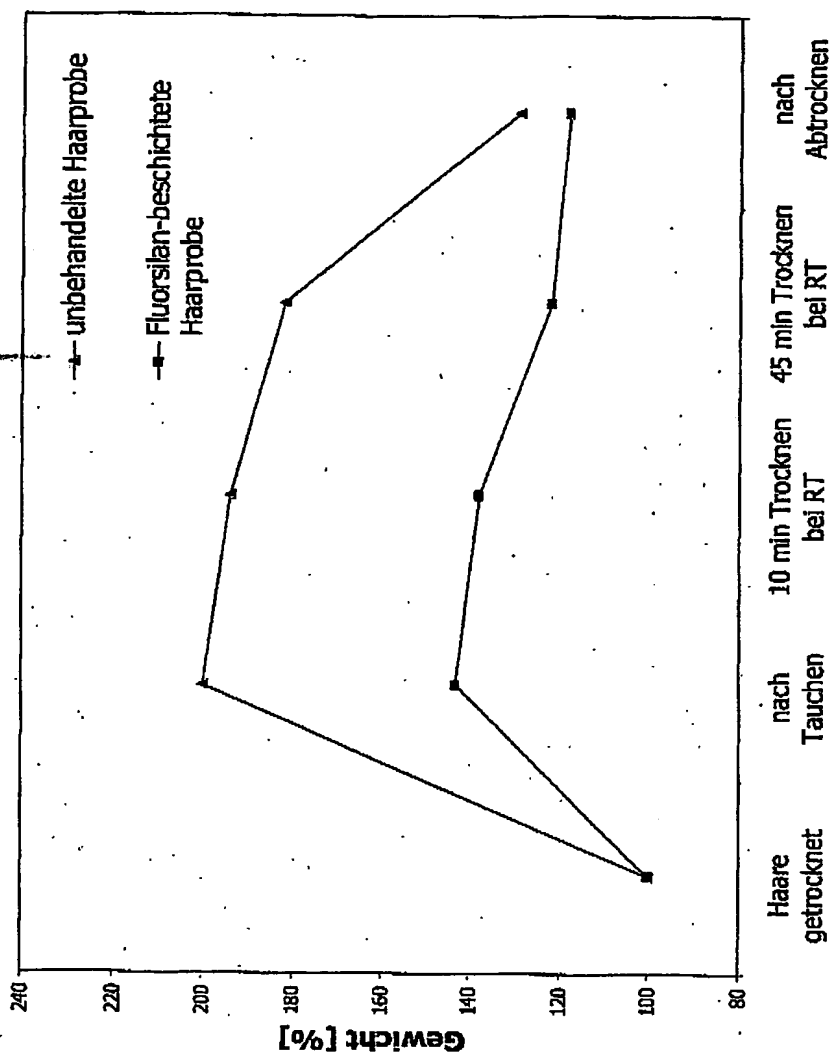


Abbildung 3

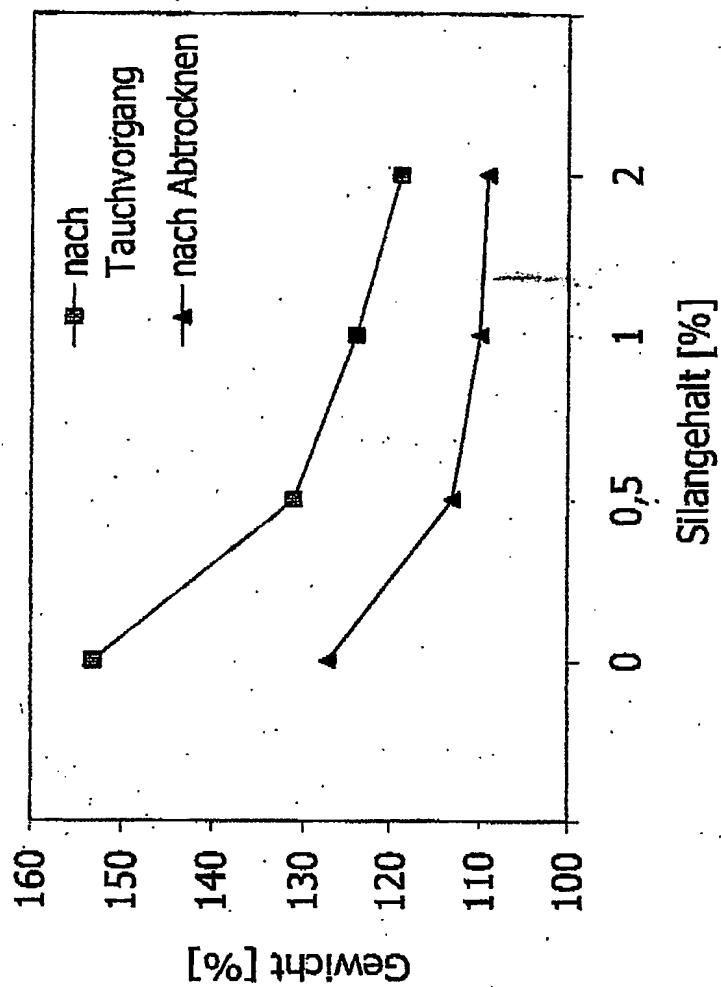
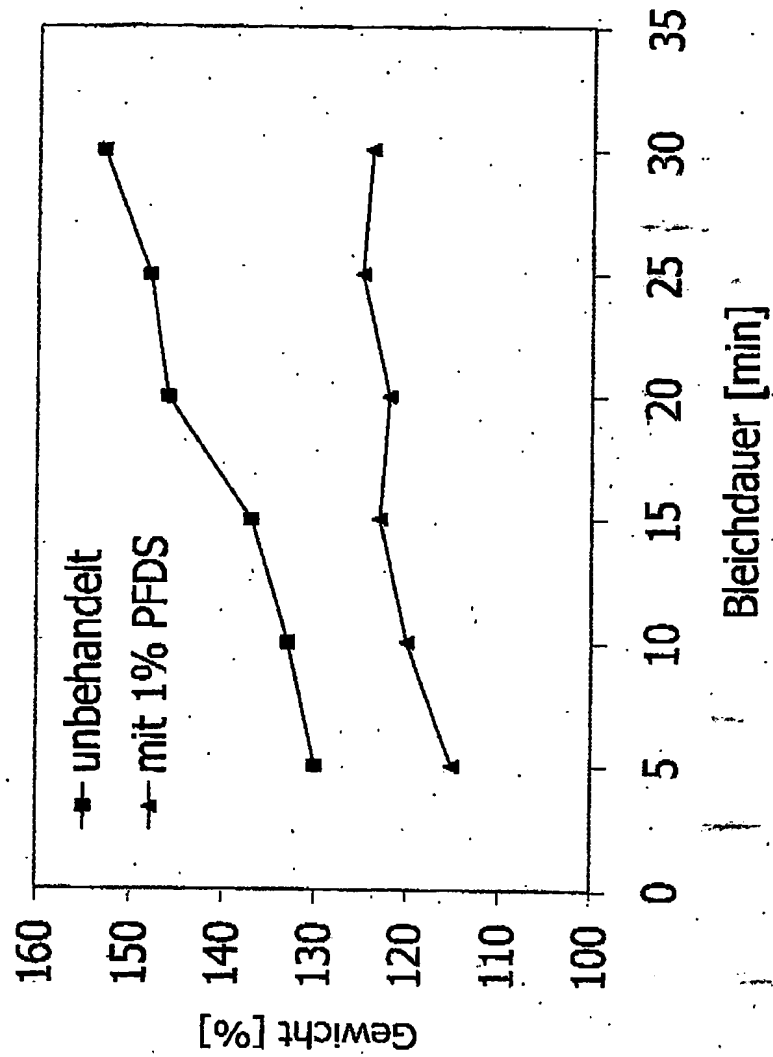




Abbildung 4



**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning  
Operations and is not part of the Official Record**

**BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ BLACK BORDERS
- ☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☒ FADED TEXT OR DRAWING
- ☐ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☒ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☒ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: \_\_\_\_\_

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.**